

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ  
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ  
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING  
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

# STUDIUM NÍZKOCYKLOVÝCH ÚNAVOVÝCH VLASTNOSTÍ HOŘČÍKOVÉ SLITINY AZ31 S 0,5 % VÁPNIKU

STUDY OF LOW CYCLE FATIGUE PROPERTIES OF MAGNESIUM ALLOY  
AZ31 WITH 0,5 % CALCIUM

## DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE  
AUTHOR

Bc. PAVEL GEJDOŠ

VEDOUCÍ PRÁCE  
SUPERVISOR

prof. Ing TOMÁŠ PODRÁBSKÝ, CSc.

BRNO 2009

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav materiálových věd a inženýrství

Akademický rok: 2008/09

## **ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE**

student(ka): Gejdoš Pavel, Bc.

který/která studuje v **magisterském studijním programu**

obor: **Materiálové inženýrství (3911T011)**

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

**Studium nízkocyklových únavových vlastností hořčíkové slitiny AZ31 s 0,5% vápníku.**

v anglickém jazyce:

**Study of Low Cycle Fatigue Properties of Magnesium Alloy AZ31 with 0,5% Calcium.**

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Navržené téma diplomové práce je zaměřeno na studium strukturní a mechanické stability u litých hořčíkových slitin vyrobených metodou squeeze casting typu AZ31 s 0,5% Ca po zkouškách nízkocyklové únavy za pokojové teploty.

Cíle diplomové práce:

- 1) Podrobně kvantifikovat morfologii vyskytujících se strukturních fází uvedených slitin před a po určitém stupni exploatace.
- 2) Stanovit křivky nízkocyklové únavy.
- 3) Faktografické hodnocení lomových ploch.

Seznam odborné literatury:


- [1] DRÁPALA, J., KUCHAR, L., TOMÁŠEK, K., TROJANOVÁ, Z.: Hořčík, jeho slitiny a binární systémy hořčík - příměs, Ostrava 2004.
- [2] HASEGAWA, S., TSUCHIDA, Y., YANO, H., MATSUI, M.: Evaluation of low cycle fatigue life in AZ31 magnesium alloy.
- [3] ZEMANDL, M.: Fraktografie únavových lomů a její praktické využití při analýze příčin porušení strojních součástí, In: Letná škola únavy materiálů '06, ŽU v Žiline, Žilina - Strečno 2006, s. 114 – 124
- [4] ROUČKA, J.: Metalurgie neželezných slitin. Akademické nakladatelství CERM, s.r.o., Brno, 2004.
- [5] PRŠKOVÁ, V.: Ultravysokocyklová únava hořčíkových zliatin. Žilinská univerzita. Žilina 2008. Dizertační práce.
- [6] YIN, S.M., YANG, F., YANG, X.M., WU, S.D., LI, S.X., LI, G.Y.: The role of twinning–detwinning on fatigue fracture morphology of Mg–3%Al–1%Zn alloy. Materials Science and Engineering A.
- [7] PTÁČEK, L a kol.: Náuka o materiálu II., Akademické nakladatelství CERM, Brno, 1999.
- [8] AVEDESAN, M.M. – BAKER, H.: ASM Specialty Handbook -Magnesium and Magnesium Alloys, ASM international Ohio, USA 1999.
- [9] TOKAJI, K., KAMAKURA, M., ISHIIZUMI, Y., HASEGAWA, N.: Fatigue behaviour and fracture mechanism of a rolled AZ31 magnesium alloy. International Journal of Fatigue 26 (2004) 1217–1224.


Vedoucí diplomové práce: prof. Ing. Tomáš Podrábský, CSc.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2008/09.

V Brně, dne 14.11.2008



  
prof. RNDr. Jaroslav Cihlář, CSc.  
Ředitel ústavu

  
doc. RNDr. Miroslav Doupovec, CSc.  
Děkan fakulty

## **Abstrakt**

V této práci byly zjištěny mechanické a únavové vlastnosti hořčíkové slitiny AZ31 s 0,5 % vápníku, která byla odlita metodou squeeze casting. Kromě toho byla pozorována mikrostruktura této slitiny a provedeno fraktografické zhodnocení lomových ploch po únavovém zatěžování.

## **Klíčová slova**

hořčíková slitina AZ31, vápník, squeeze casting, únava, fraktografie, metalografie, zkouška tahem, REM, EDS

## **Abstract**

In this work have been identified mechanical and fatigue properties of magnesium alloy AZ31 with 0.5% calcium, which was cast using squeeze casting. In addition, it was observed microstructure of the alloys and made fractographic assessment of fracture surfaces after fatigue loading.

## **Key words**

magnesium alloy AZ31, calcium, squeeze casting, fatigue, fractography, metallography, tensile test, SEM, EDS

## **Bibliografická citace**

GEJDOŠ, P. *Studium nízkocyklových únavových vlastností hořčíkové slitiny AZ31 s 0,5% vápníku*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2009. 50 s. Vedoucí diplomové práce prof. Ing. Tomáš Podrábský, CSc.

## Prohlášení

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci na téma, „*Studium nízkocyklových únavových vlastností hořčíkové slitiny AZ31 s 0,5% vápníku.*“, vypracoval samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených na seznamu, který tvoří přílohu této práce.

Dne .....

.....

Pavel Gejdoš

## **Poděkování**

Tímto bych rád poděkoval svému školiteli prof. Ing. Tomáši Podrábskému, CSc. za odborné vedení, cenné rady a připomínky při vypracování této práce. Také bych rád poděkoval Ing. Josefu Zapletalovi a paní Ivě Davidové za odbornou pomoc a rady při řešení experimentů. Děkuji také všem pracovníkům Ústavu materiálových věd a inženýrství za jejich odbornou pomoc.

## Obsah

1. ÚVOD.....	3
2. HOŘČÍKOVÉ SLITINY.....	4
2.1. Označování hořčíkových slitin.....	5
2.2. Druhy tepelného zpracování hořčíkových slitin.....	7
2.3. Vliv prvků ve slitinách hořčíku .....	8
2.4. Mikrostruktura hořčíkových slitin.....	9
2.5. Vlastnosti slitin AZ31.....	11
2.6. Metody odlévání hořčíkových slitin.....	12
2.6.1. Vysokotlaké lití.....	12
2.6.2. Squeeze casting.....	12
3. ÚNAVA MATERIÁLU.....	14
3.1. Wöhlerova křivka.....	16
3.2. Mansonova-Coffinova křivka.....	16
3.3. Cyklická deformační křivka.....	17
3.4. Křivky cyklického změkčení-zpevnění.....	18
4. CÍLE PRÁCE.....	19
5. EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL.....	20
6. EXPERIMENTÁLNÍ METODY.....	21
6.1. Mechanické zkoušky.....	21
6.1.1. Zkušební stroj pro zkoušku tahem.....	21
6.1.2. Únavový zatěžovací zkušební stroj.....	21
6.1.3. Zkušební tyče pro únavu a zkoušku tahem.....	22
6.2. Světelná mikroskopie.....	22
6.2.1. Příprava vzorků pro pozorování.....	23
6.2.2. Stereomikroskop.....	23
6.2.3. Fázový kontrast.....	23
6.3. Elektronová mikroskopie.....	24
6.3.1. Rastrovací elektronová mikroskopie.....	24
6.4. Instrumentální analytické metody.....	25
6.4.1. Optická emisní spektrometrie.....	25
6.4.2. Atomový absorpční spektrometr.....	25
7. VÝSLEDKY.....	26
7.1. Zkouška tahem.....	26
7.2. Měření tvrdosti.....	26
7.3. Únavová zkouška.....	27
7.3.1. S-N křivka (Wöhlerova křivka).....	27
7.3.2. Mansonova-Coffinova křivka.....	28
7.3.3. Cyklická deformační křivka.....	29
7.3.4. Parametry regresních funkcí.....	30
7.3.5. Křivky cyklického změkčení-zpevnění.....	31
7.4. Morfologie strukturních fází.....	32
7.5. Fraktografické hodnocení lomových ploch.....	34
7.6. Lomový profil.....	37
8. DISKUSE VÝSLEDKŮ.....	38

---

9. ZÁVĚR.....	39
10. SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ.....	40
11. SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ.....	41
12. SEZNAM PŘÍLOH.....	42



## 1. Úvod

Hořčíkové slitiny byly nejdříve používány v práškové podobě např. v pyrotechnice a na blesky při fotografování. Slitina hořčíku a hliníku při hoření vydává jasné bílé světlo, které bylo pro fotografování velmi vhodné. Později byly hořčíkové slitiny využívány v metalurgii jako modifikační přísada při výrobě litiny s kuličkovým grafitem nebo v různých aplikacích v chemickém průmyslu. Jako konstrukční materiál byly hořčíkové slitiny použity hlavně pro svou nízkou hmotnost na vojenské vybavení jako ochranné rámy, základny minometů nebo rakety. Nejdůležitější použití přišlo později v podobě odlitků z hořčíkových slitin pro automobilový průmysl. Například u automobilu Volkswagen Brouk byla použita hořčíková slitina na výrobu skříně klikové hřídele a skříně převodovky. [1]

Dnes se využití hořčíkových slitin znovu zvyšuje a ve většině případů je důvodem nízká měrná hmotnost. Snížením hmotnosti lze například u automobilu dosáhnout nižší spotřeby pohonných hmot, což se projeví z ekonomického i ekologického hlediska příznivě. To je nejspíše důvod, proč se použití hořčíkových slitin velmi rozšiřuje v automobilovém průmyslu. Kromě toho je nízká hmotnost konečného výrobku důležitá také u spotřební elektroniky nebo sportovního náčiní, kde se využití hořčíkových slitin také rozšiřuje.

Pro zlepšení vlastností hořčíkových slitin jsou přidávány různé legující prvky. Jedním z těchto prvků je i vápník, který je do slitin hořčíku přidáván z důvodu zjemnění zrna nebo snížení vznítivosti při odlévání [2]. Přidaný vápník však může mít vliv i na jiné vlastnosti (například koroze).

Tato práce je vypracována s podporou projektu MŠMT 1M2560471601 *Ekocentra aplikovaného výzkumu neželezných kovů při VUT v Brně* a rozvojového projektu MŠMT 25/11 *Posílení motivace studentů NMSP a DSP na VUT v Brně*.

## 2. Hořčíkové slitiny

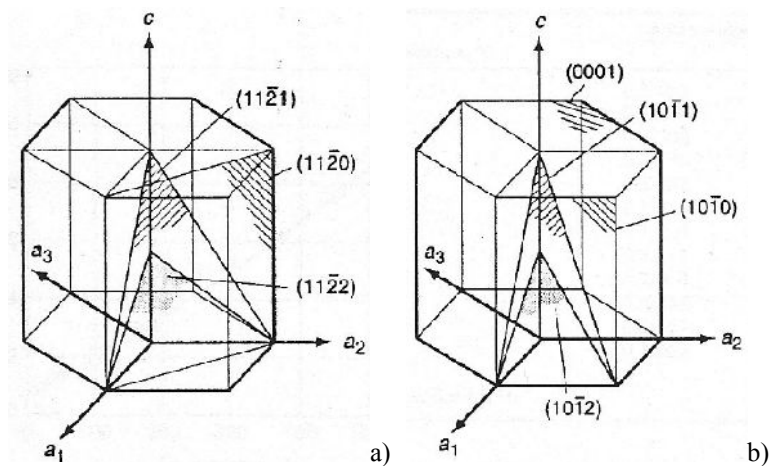
Hořčík je prvek na dvanáctém místě periodické tabulky prvků s chemickou značkou Mg a latinským názvem Magnesium. Jeho měrná hmotnost je  $1738 \text{ kg/m}^3$ . Technicky čistý hořčík dosahuje pevnosti v tahu  $190 \text{ MPa}$ . Teplota tavení hořčíku je  $650^\circ\text{C}$ . Má hexagonální krystalovou mřížku, což způsobuje jeho obtížné tváření za studena. Vzhledem k tomu se upřednostňují slitiny hořčíku na odlitky, i když mezi chemickým složením slitin pro tváření a slitin na odlitky není podstatný rozdíl [3].

Hořčík se v přírodě vyskytuje v poměrně hojném množství. Navíc je jeho výskyt ve světě poměrně rovnoměrně rozložen. Vyskytuje se ve formě oxidů nebo chloridů jako minerály nebo v mořské vodě. Z minerálů to jsou magnezit, dolomit, karnalit, serpentín či bischofit.

Hořčík se vyrábí tavnou redukcí  $\text{MgO}$  nebo tavnou elektrolýzou  $\text{MgCl}_2$  v prostředí roztaveného chloridového elektrolytu. Před tavnou elektrolýzou je potřeba nejprve připravit dehydratovaný chlorid hořečnatý, který bude roztavený sloužit jako elektrolyt. Při této metodě vzniká kovový hořčík a plynný chlor. Termická redukce  $\text{MgO}$  se provádí při vysokých teplotách za použití redukovačů, což může být křemík, ferosilicium, uhlík a další. Během procesu vznikají páry kovového hořčíku. Hořčík získaný kteroukoliv z metod je potřeba dále rafinovat pro získání požadované čistoty ( $99,90\text{--}99,95\%$ ). [4]

Čistý hořčík se nejčastěji pro svou vysokou afinitu ke kyslíku používá jako redukční činidlo při výrobě titanu nebo jako modifikátor při výrobě litiny s kuličkovým grafitem. Pro konstrukční účely se používají hořčíkové slitiny, které mají lepší mechanické a korozní vlastnosti než čistý hořčík.

Krystalografická struktura hořčíku je hexagonální s nejtěsnějším uspořádáním. Na obrázku 1a je znázorněna bazální rovina, prizmatická rovina, a hlavní roviny systému  $[1\bar{2}10]$ . Obrázek 1b zachycuje hlavní roviny systému  $[1\bar{1}00]$ . Skluz se za pokojové teploty realizuje pouze v bazálním skluzovém systému  $\{0001\}$  v nejhustěji obsazeném směru  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Sekundární skluz bývá v prizmatických rovinách  $\{10\bar{1}0\}$  ve stejných směrech skluzu jako v bazální rovině. Při vyšších teplotách se aktivuje i skluz v pyramidálních rovinách  $\{11\bar{2}2\}$



Obr. 1 – Skluzové systémy u hořčíku [1]

Hořčíkové slitiny se používají v aplikacích, kde je potřeba snížit hmotnost třeba i s důsledkem zvýšení ceny produktu. Ale například u fotoaparátů (obrázek 2) se tělo přístroje vyrábí z hořčíkových slitin z důvodu vyšší tuhosti a mechanické odolnosti, v porovnání s plasty. Podobné využití hořčíkových slitin lze najít např. u rámců notebooků, kde se také z důvodů tuhosti a mechanické odolnosti tyto slitiny používají. Vše je tedy kompromis mezi cenou produktu, tuhostí, mechanickou odolností a hmotností.



Obr. 2 – Rám těla fotoaparátu Nikon D2H vyrobený z hořčíkové slitiny [5]

Nedostatky hořčíkových slitin:

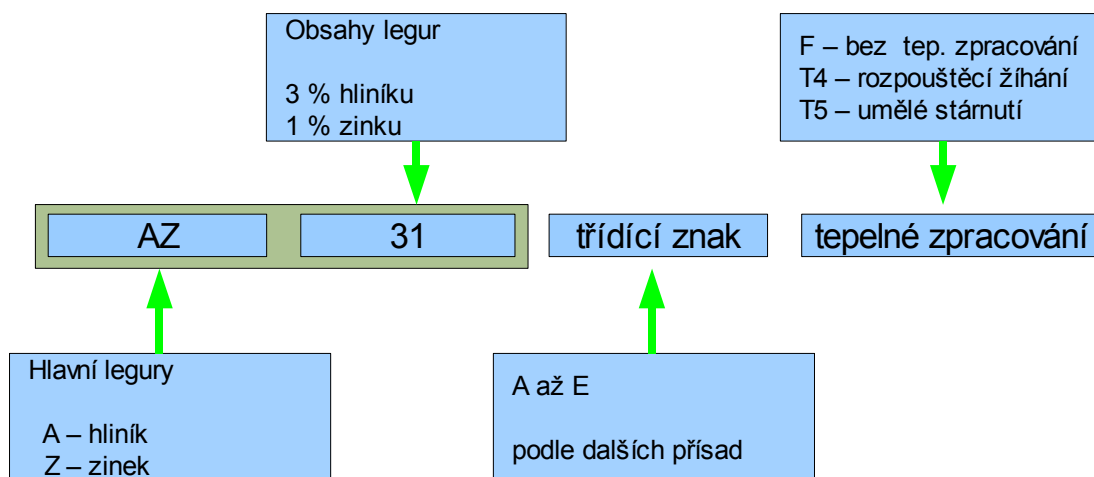
- ◆ jejich výroba je obtížnější a nákladnější než výroba slitin hliníku,
- ◆ horší tvárnost za pokojové teploty,
- ◆ oproti slitinám hliníku horší deformační zpevnění,
- ◆ nízká rychlost difuze,
- ◆ zhoršená odolnost proti korozi,
- ◆ obtížnější svařování.

Přednosti hořčíkových slitin:

- ◆ nízká specifická hmotnost,
- ◆ jsou velmi dobře obrobitelné,
- ◆ nízký modul pružnosti → schopnost tlumit vibrace,
- ◆ velká hodnota měrného tepla.

## 2.1. Označování hořčíkových slitin

Hořčíkové slitiny jsou označovány podle norem ASTM nebo EN. Označování podle normy ASTM je rozšířenější. K označování se používá písmen, která značí použité legující prvky a čísel, která naznačují obsah těchto prvků. Význam pozic je uveden na obrázku 3.



Obr. 3 – Význam symbolů ve značení Mg slitin podle ASTM

Označování jednotlivých prvků použitých ve slitině je naznačeno v tabulce 1. Třídící znak blíže rozlišuje slitiny lišící se dalšími prvky. Tabulka 2 obsahuje značení jednotlivých způsobů tepelného zpracování.

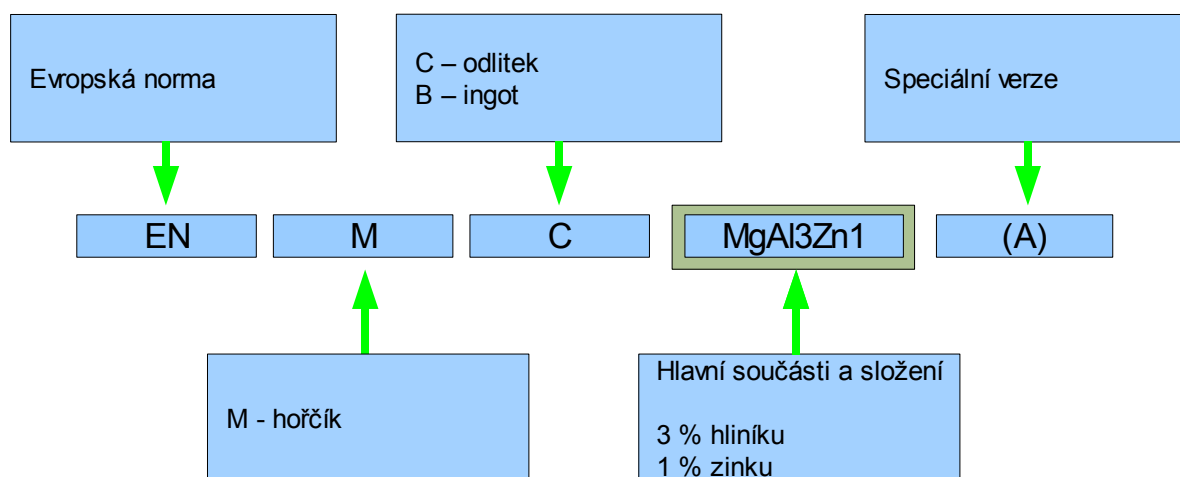
**Tab. 1 – Označení legujících prvků ve slitinách hořčíku [4]**

Označení	A	C	E	H	K	L	M	Q	S	W	Z	X	J
Prvek	Al	Cu	KVZ	Th	Zr	Li	Mn	Ag	Si	Y	Zn	Ca	Sr

**Tab. 2 – Tabulka tepelných zpracování podle ASTM**

F	podle výroby	T	tepelné zpracování pro výrobu stabilních stavů jiných než F, O, H
O	žhánění, rekrystalizace (pouze tvářené)	T2	žhánění (pouze lité)
W	rozpuštěcí žhánění, nestabilní stav	T3	rozpuštěcí žhánění a deformace za studena
H	deformační zpevnění (pouze tvářené výrobky)	T4	rozpuštěcí žhánění
H1	pouze deformační zpevnění	T5	pouze umělé stárnutí
H2	deformační zpevnění a částečné žhánění	T6	rozpuštěcí žhánění a umělé stárnutí
H3	deformační zpevnění a stabilizační žhánění	T7	rozpuštěcí žhánění a stabilizační žhánění
C	běžná čistota	T8	rozpuštěcí žhánění, deformace za studena, umělé stárnutí
D	vysoká čistota	T9	rozpuštěcí žhánění, umělé stárnutí, deformace za studena
		T10	umělé stárnutí, deformace za studena

Značení podle EN je naznačeno na obrázku 4. Toto značení vychází z německé normy DIN. Ze značky lze poznat přibližné chemické složení slitiny.



**Obr. 4 – Význam symbolů ve značení Mg slitin dle EN**

## 2.2. Druhy tepelného zpracování hořčíkových slitin

Tepelné zpracování hořčíkových slitin se obvykle provádí za účelem zlepšení jejich mechanických vlastností, ale je možné jej provádět i ke snížení vnitřního pnutí jak u odlitků tak i u tvářených výrobků. Způsob jakým byla slitina tepelně zpracována je možné uvést v označení, jak je ukázáno v tabulce 2.

Podle práce [4] lze hořčíkové slitiny obsahující více než 6 hm. % hliníku tepelně zpracovávat. To znamená, že slitina AZ31 se obvykle tepelně nezpracovává, ale tepelné zpracování lze provést až u slitin AZ61. Tabulka 3 obsahuje ukázky tepelného zpracování různých dalších hořčíkových slitin.

Vzhledem k nižší rychlosti difuzních pochodů v hořčíkových slitinách je při tepelném zpracování potřeba delší výdrž na teplotě než například u slitin hliníku.

Ochranné atmosféry jsou při tepelném zpracování použity pouze u rozpouštěcího žíhání, z důvodu ochrany povrchu součásti před oxidací a také aby zabránily případnému hoření. Plyny sloužící jako ochranná atmosféra při tepelném zpracování součástí vyrobených z hořčíkových slitin jsou oxid siřičitý a oxid uhličitý.

Hořčíkové slitiny po tváření lze žíhat, aby bylo odstraněno vnitřní napětí. Žíhání je možné provádět po tváření za tepla i za studena, po obrábění nebo i po svařování. Cílem tohoto procesu je zlepšit rozměrovou stabilitu výrobku. Žíhání ke snížení vnitřního pnutí se provádí i u odlitků z hořčíkových slitin. Zde mohou pnutí vznikat během tuhnutí odlitku vlivem smršťování nebo vlivem nestejnoměrného chladnutí.

Rekrytalizační žíhání má u hořčíkových slitin menší význam, protože většina těchto slitin je tvárnitelná za tepla. Využívá se ale jako mezioperace při tváření za studena [6]. Toto tepelné zpracování si klade za cíl odstranit anizotropii vlastností materiálu.

Rozpouštěcí žíhání (někdy též uváděno jako homogenizační žíhání) je používáno k rozpouštění fází a odstranění nerovnoměrného rozdělení legujících prvků ve slitině [6]. Cílem je zlepšení mechanických vlastností hořčíkové slitiny. U slitin na odlitky se vyznačuje poměrně dlouhou dobou výdrže na teplotě (až 24 hodin) a také poměrně vysokými teplotami (až 450 °C). Rozpouštěcí žíhání bývá zařazeno před umělým stárnutím.

U hořčíkových slitin se provádí pouze umělé stárnutí [3]. Je to proces, kdy jsou součásti z hořčíkových slitin ponechány na určité teplotě a po prodlevě na této teplotě ochlazovány na klidném vzduchu.

Tab. 3 – Tepelné zpracování používané u hořčíkových slitin [1]

Slitina	Tepelné zpracování	Slitina	Tepelné zpracování
AZ63A	T4, T5, T6	ZC63A	T6
AZ81A	T4	QE22A	T6
AZ91C	T4, T6	ZK61A	T4, T6
AZ92A	T4, T6	ZC71A	F, T5, T6
EZ33A	T6	ZK60A	T5

## 2.3. Vliv prvků ve slitinách hořčíku

Ve slitinách hořčíku se používá poměrně velké množství různých legujících přísad, podle toho jakých vlastností má být dosaženo. Výběr legujících prvků je ale omezen v případě, kdy se nemá příliš zvýšit hmotnost výsledné slitiny. Výhodné je, pokud přísadový prvek tvoří substituční tuhý roztok, to může vést ke zvýšení pevnosti v důsledku příměsového zpevnění, přičemž zůstane zachována nebo se zlepší tažnost. Slitiny obsahující intermetalické fáze není zpravidla možné použít pro tváření, ale pouze jako slévárenské. [4]

Prvky přidávané do hořčíkových slitin lze jednoduše rozdělit na legující, působící příznivě či způsobující určité vlastnosti, a příměsi, působící ve většině případů negativně.

Legující prvky:

- ◆ Hliník je nejčastěji používaný legující prvek. Tvoří základ u litých slitin hořčíku. Jeho maximální rozpustnost v hořčíku je 11,5 at. %, tj. 12,7 hm. %. Slitiny obsahující více než 6 % Al lze tepelně zpracovávat. Ve slitině se vyskytuje intermetalická fáze  $Mg_{17}Al_{12}$ . [4]
- ◆ Zinek je používán společně s hliníkem nebo zirkoniem a thoriem [4]. Ve slitinách Mg-Al se převážně rozpouští v hořčíku a také se stává složkou precipitující fáze. Při koncentračním podílu  $Zn/Al = 1/3$  vzniká intermetalická fáze T ( $Mg_3Al_2Zn_3$ ). [7] Zinek také potlačuje škodlivý vliv železa.
- ◆ Vápník je v poslední době využíván při vývoji creepu odolných slitin. Může působit jako dezoxidant v tavenině nebo při následujícím tepelném zpracování. V případě, že je přítomen ve větším obsahu než asi 0,3 %, zhoršuje svařitelnost. Ve slitinách Mg-Al závisí precipitační proces na poměru množství vápníku a hliníku. Je-li poměr asi 0,8 vyskytují se ve struktuře částice  $Al_2Ca$  případně  $Mg_2Ca$ . Při poměru menším to jsou pouze částice  $Al_2Ca$ . Částice  $Mg_2Ca$  i  $Al_2Ca$  se vyskytují v okolí hranic zrn a vedou ke zvýšení tvrdosti [4]. V [7] je uvedeno přidání 2 % vápníku pro snížení vznitivosti. Vyšší obsah vápníku, než asi 2 %, také vede ke snížení korozní odolnosti.
- ◆ Mangan je obvykle používán s nějakým dalším legujícím prvkem. V případě hliníku tvoří sloučeniny  $MnAl$ ,  $MnAl_6$  nebo  $MnAl_4$ . Mangan snižuje rozpustnost železa a vytváří relativně neškodné sloučeniny, dále zvyšuje napětí na mezi kluzu a zvyšuje odolnost proti korozi ve slané vodě. Maximální obsah je 1,2–2 hm. %. [4]
- ◆ Lithium – legující prvek jehož hustota je  $540 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ , po přidání do slitiny snižuje hustotu slitiny pod hodnotu čistého hořčíku, také snižuje pevnost, ale zvyšuje tažnost. Lithium má poměrně vysokou rozpustnost v hořčíku, při pokojové teplotě až 17 at. %, tj. 5,5 hm. %. [4]
- ◆ Zirkonium je používáno jako přísada pro zjemnění zrna, lze jej použít ve slitinách se zinkem, vzácnými zeminami, thoriem, yttriem nebo jejich kombinaci. Ve slitinách obsahujících Al, Mn, Fe, Si, C, N, O a H spolu tvoří stabilní sloučeniny, které nepřispívají ke zjemnění zrna. [4]
- ◆ Kovy vzácných zemin jsou používány pro zlepšení vlastností za vyšších teplot a zvýšení creepové odolnosti. Někdy je k nim řazeno i Yttrium, které se používá ke zvýšení pevnosti za vyšších teplot a zvýšení creepové odolnosti až do 300 °C. [4]
- ◆ Thorium je používáno, protože zvyšuje odolnost proti creepu až do 350 °C, zlepšuje slévateľnost a slitiny s ním jsou svařitelné. Ale protože se jedná o radioaktivní prvek, jsou tyto slitiny postupně vyřazovány. [4]

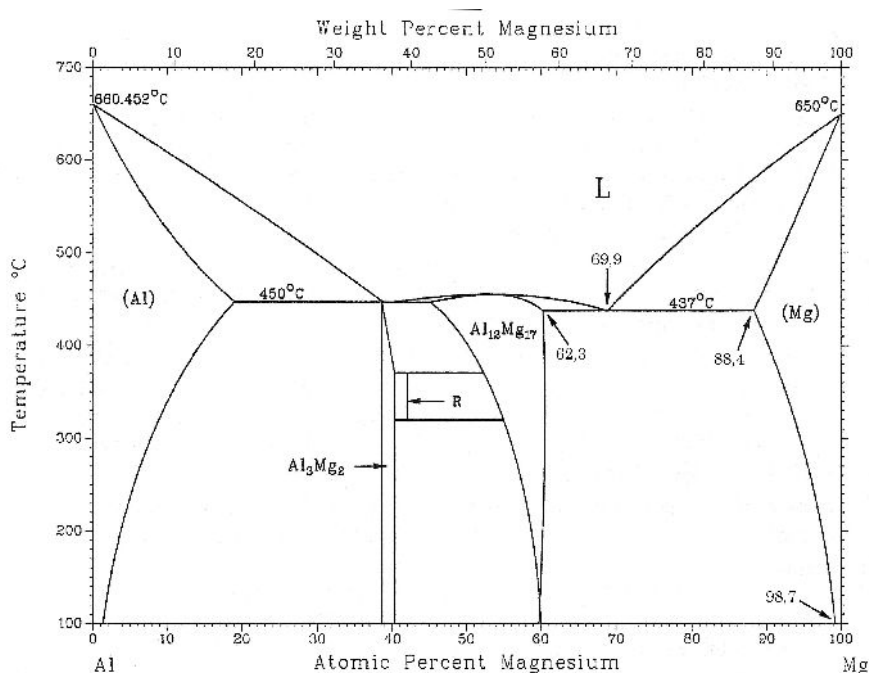
- ♦ Stříbro zlepšuje zpevnění stárnutím. Také zlepšuje vlastnosti za vyšších teplot u slitin obsahujících thorium nebo vzácné zeminy. [4]
- ♦ Křemík je používán pro zvýšení tekutosti roztavených slitin, ale v přítomnosti železa snižuje odolnost vůči korozi. [4]

Škodlivé příměsi:

- ♦ Berylium je velmi málo rozpustné a může způsobit zhrubnutí zrna, přesto je používáno pro snížení oxidace v tavenině. [4]
- ♦ Měď v množství větším než 0,05 hm. % nepříznivě ovlivňuje korozní vlastnosti. Příznivě ovlivňuje pevnost za vyšších teplot. [4]
- ♦ Nikl snižuje korozní odolnost i při malých koncentracích, pro dobrou korozní odolnost nesmí přesáhnout 0,005 hm. %. [4]
- ♦ Železo je řazeno ke škodlivým příměsím, protože pokud jeho obsah přesáhne 0,005 hm. %, snižuje korozní odolnost hořčíkových slitin. [4]

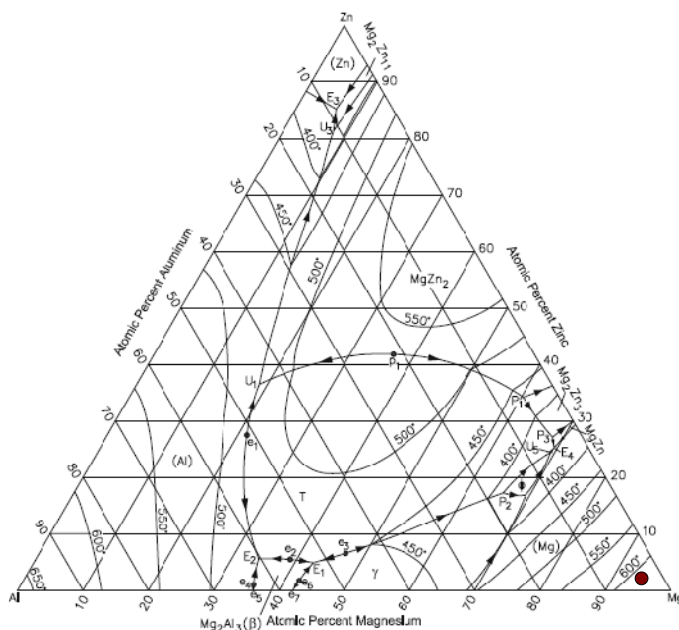
## 2.4. Mikrostruktura hořčíkových slitin

Vzhledem k tomu, že čistý hořčík nemá ve většině případů potřebné vlastnosti, používají se slitiny hořčíku a dalších prvků. Tato práce se zabývá slitinami hořčíku typu AZ, proto je zajímavý binární diagram Al-Mg který je na obrázku 5 a ternární diagram Al-Mg-Zn na obrázku 6.

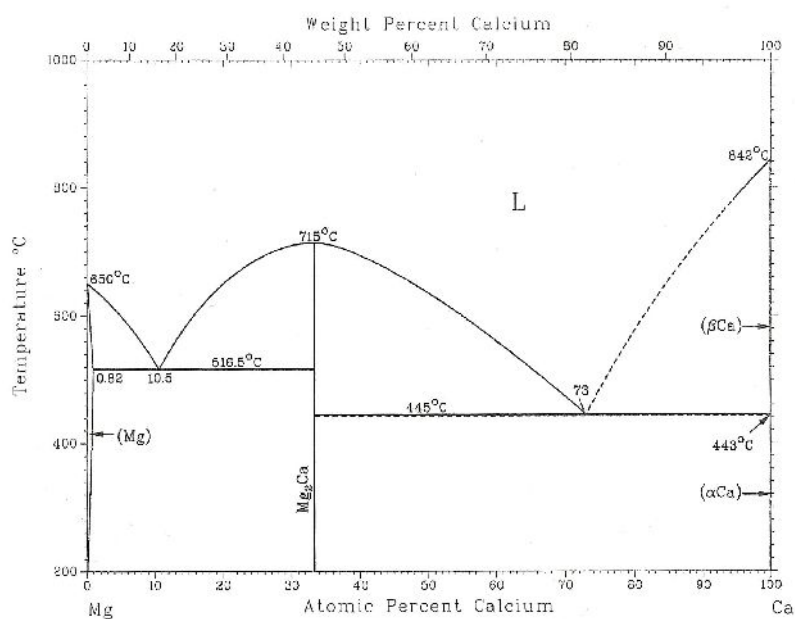


Obr. 5 - Binární diagram Al-Mg [4]

Na obrázku 6 je červeným bodem naznačeno, ve které části ternárního diagramu se nachází slitina AZ31. Ve zkoumané slitině je ale navíc přidán také vápník. Binární diagram Mg-Ca je proto uveden na obrázku 7.



Obr. 6 – Ternární diagram Mg-Al-Zn [8]



Obr. 7 – Binární diagram hořčík-vápník [4]

Výše uvedené binární a ternární diagramy napovídají, které fáze se mohou v hořčíkových slitinách vyskytovat. Mikrostruktura litých hořčíkových slitin typu AZ obsahuje kromě matrice tvořené tuhým roztokem ještě intermetalickou fázi  $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$  označovanou jako fáze  $\gamma$ . Tato intermetalická fáze má, oproti matrici s hcp mřížkou, mřížku kubickou a její hlavní nevýhodou je křehkost. Fáze  $\gamma$  s tuhým roztokem tvoří eutektikum nacházející se v mezidendritických prostorách. Ve struktuře se také vyskytují částice tvořené manganem a hliníkem, které lze poměrně snadno rozeznat podle světle oranžové barvy. Kromě toho se může vápník ve struktuře projevit jako  $\text{Al}_2\text{Ca}$  nebo  $\text{Mg}_2\text{Ca}$ .



## 2.5. Vlastnosti slitin AZ31

Hořčíková slitina AZ31 má dobré plastické vlastnosti, používá se ke tváření i na odlitky. Tepelně se nezpracovává, protože není vytvrditelná. Slitina je velmi dobře třískově obrobitelná a je možné ji svařovat [6]. Normy popisují několik modifikací slitiny AZ31, které se liší povolenými rozsahy chemického složení, mechanickými vlastnostmi a obvyklým použitím. V tabulce 4 jsou obsahy legujících prvků ve slitině AZ31.

**Tab. 4 – Chemické složení několika slitin typu AZ31 (dle ASTM) [1]**

prvek slitina	Al [hm. %]	Mn [hm. %]	Zn [hm. %]	Cu [hm. %]	Si [hm. %]	Ni [hm. %]	Fe [hm. %]	Mg [hm. %]
AZ31B	2,5–3,5	0,20–1,0	0,6–1,4	max 0,04	max 0,10	max 0,005	max 0,005	zbytek
AZ31C	2,4–3,6	0,15–1,0	0,50–1,5	max 0,10	max 0,10	max 0,03		zbytek
AZ31A	3,5	1,0	1,4	max 0,05	max 0,30	max 0,005	max 0,005	zbytek

V tabulce 5 jsou uvedeny některé mechanické vlastnosti hořčíkové slitiny AZ31B pro různé způsoby výroby. K dalším vlastnostem patří elastický modul, který je v tahu 45 GPa a ve střihu 17 GPa, nárazová práce která je pro těleso s v-vrubem 4,3 J. [1]

**Tab. 5 – Typické mechanické vlastnosti slitiny AZ31B za pokojové teploty [1]**

Typ výrobku	Mez pevnosti	Mez kluzu	Tažnost	Tvrдость
	[MPa]	[MPa]	[%]	[HB]
Plech, žíhaný	255	150	21	56
Plech, válcovaný	290	220	15	73
Protlačované pruty, tyče, plné průřezy	255	200	12	49
Protlačované duté průřezy a trubky	241	165	16	46
Výkovky	260	170	15	50

## 2.6. Metody odlévání hořčíkových slitin

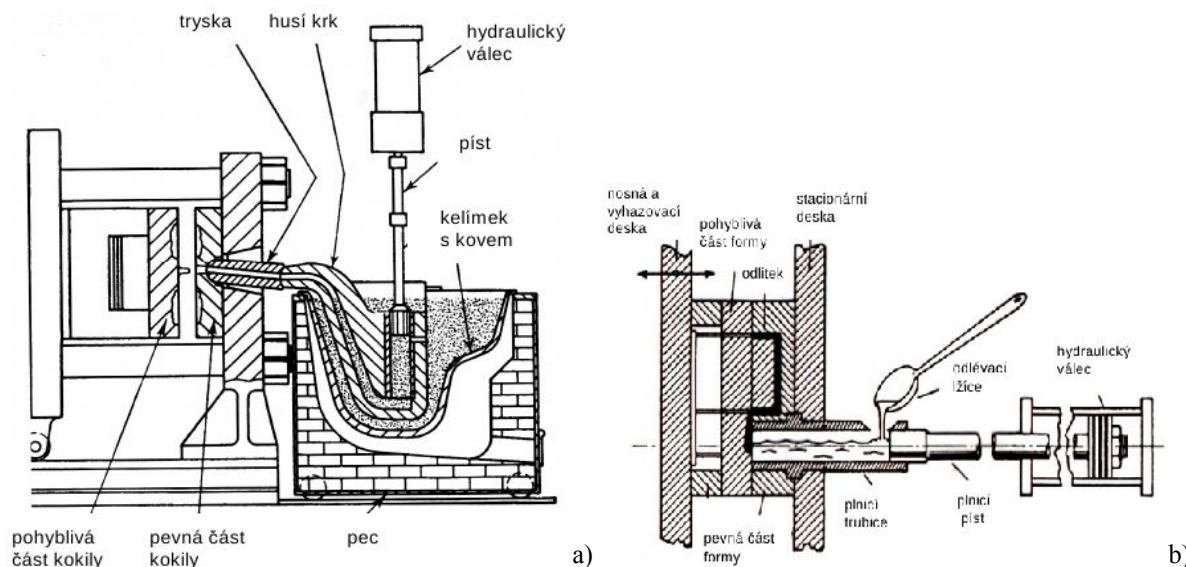
Pro odlévání hořčíkových slitin existují různé postupy od například gravitačního lití, kdy se ve výsledném odlitku vyskytuje poměrně velké množství ředin a dalších slévarenských vad, přes vysokotlaké lití, kdy je kov do formy vstříknut vysokou rychlostí, až po metodu squeeze casting, kdy kov tuhne za zvýšeného tlaku a tím se podstatně snižuje vznik slévarenských vad.

### 2.6.1. Vysokotlaké lití

Metoda, kdy se roztavený kov vhání do formy za vysokého tlaku, až 250 MPa. Touto metodou je možné vyrábět tvarově velmi komplikované odlitky s přesnými rozměry. Roztavený kov proudí velkou rychlostí přes vtokovou soustavu do dutiny kovové formy, kde tuhne. Hotový odlitek má vysokou kvalitu povrchu.

Metoda je, vzhledem k vysoké ceně kovové formy, vhodná pouze pro velkosériovou a hromadnou výrobu. Zařízení na tlakové lití se podle konstrukce dělí na zařízení se studenou (obr. 8a) a s teplou komorou (obr. 8b). Stroje s teplou komorou mají výhodu, že se kov do plnicí komory nepřelévá a nedochází tak k jeho oxidaci, proto je tento typ vhodný k odlévání hořčíkových slitin. [9]

Tlakově lité odlitky nejsou, co se týče vnitřní homogenity, příliš kvalitními výrobky, protože při rozstříkování kovu při plnění formy dochází k jeho oxidaci a reakci s mazadlem, důsledkem čehož je vznik velkého množství vměstků. Navíc může v některých průřezích zůstat uzavřený vzduch, který je příčinou tvorby bublin. Výrazného zlepšení se dosahuje při lití do vakuovaných forem. Po uzavření se před litím z dutiny formy odsaje vzduch a tím se omezí oxidace kovu a odstraní nebezpečí vzniku bublin. [9]

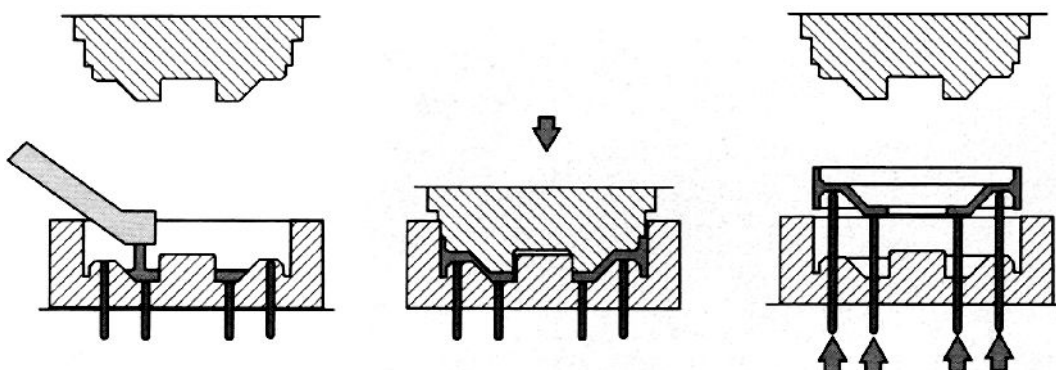


Obr. 8 – Tlakový stroj a) s teplou komorou, b) horizontální se studenou komorou [9]

### 2.6.2. Squeeze casting

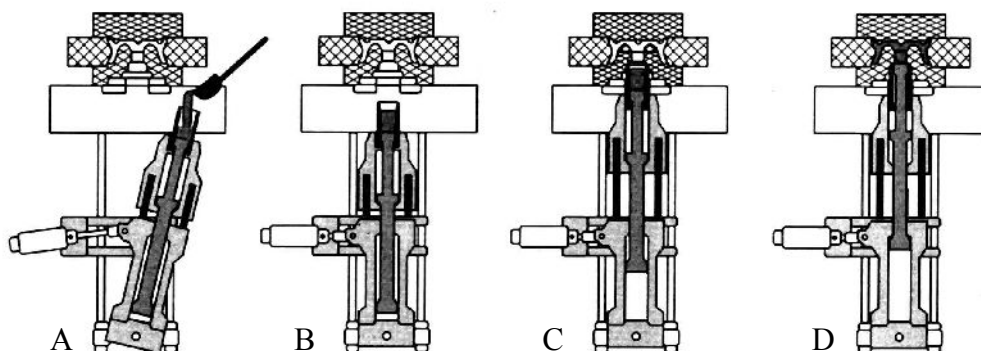
Metoda odlévání squeeze casting je velmi podobná jako vysokotlaké lití, ale s tím rozdílem, že roztavený kov je do formy přiváděn pomaleji, tedy podobně jako při nízkotlakém lití, a tuhne při tlaku. Podle konstrukce odlévacího zařízení se rozlišují dva způsoby provedení, přímý a nepřímý squeeze casting.

V případě přímého squeeze castingu, jehož schéma je na obrázku 9, je kov volně nalit do formy a poté stlačen horní částí formy. Tlak poté působí po celou dobu tuhnutí. Tento postup je vhodný pro masivní odlitky. [9]



Obr. 9 – Metoda přímého squeeze castingu [9]

Metoda nepřímého squeeze castingu je naznačena na obrázku 10. Kov je dávkován do komory lisu, která je umístěna na pístu (obrázek 10a). Ten bývá obvykle výklopný. Komora i s kovem je poté vrácena do pracovní polohy (obrázek 10b). Kov je vtlačován nízkou rychlostí do formy, rychlost proudění kovu je řádově  $0,5 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ . Proudění kovu je laminární, takže nedochází k jeho víření a oxidaci. Po naplnění formy dochází k dotlačení kovu tlakem až  $150 \text{ MPa}$  a kov se nechá ztuhnout.



Obr. 10 – Metoda nepřímého squeeze castingu [9]

Kromě výhod, spojených s klidným plněním forem, dochází u metody squeeze casting k dalším příznivým efektům. Výrazně se zvyšuje intenzita přestupu tepla z kovu do formy. Zvýšený tlak při tuhnutí zamezuje vzniku mezery mezi odlitkem a formou, proto je ochlazování intenzivní po celou dobu tuhnutí. Vysoká rychlost tuhnutí vede ke vzniku jemnozrnné struktury, zmenšuje se i velikost intermetalických fází a morfologie fází bývá příznivější. Odlitky neobsahují plynové dutiny a také se téměř zamezuje vzniku mikrostaženin. Výsledkem těchto příznivých vlivů je zvýšení mechanických vlastností a vnitřní homogenity odlitků. [9]

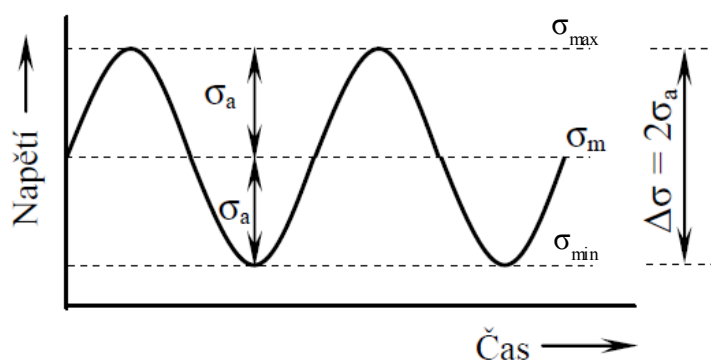
Podstatnou nevýhodou této metody je její značná investiční a provozní náročnost, přesto se využívá například v automobilovém průmyslu.

### 3. Únava materiálu

Únava neboli cyklické zatěžování materiálu je degradační proces při kterém v materiálu v průběhu zatěžování dochází ke změnám, které mohou vést ke vzniku trhlin a jejich růstu.

Při provádění únavových zkoušek typu tah-tlak je obvykle využíváno dvou způsobů zatěžování zkušebních vzorků. V prvním případě, označovaném jako měkké zatěžování, je řízena velikost zátěžné síly. Ve druhém případě, označovaném jako tvrdé zatěžování, je řízena velikost deformace vzorku.

Závislost průběhu a označování jednotlivých napětí, používaných při měkkém únavovém zatěžování, je naznačeno na obrázku 11 a jsou to amplituda napětí ( $\sigma_a$ ), střední napětí ( $\sigma_m$ ), horní ( $\sigma_h$ ) a dolní ( $\sigma_n$ ) napětí a rozkmit  $\Delta\sigma$ . Průběh napětí je zde obvykle sinusový, při tvrdém zatěžování bývá průběh deformace na čase pilovitý.



Obr. 11 – Napětí při zatěžování [10]

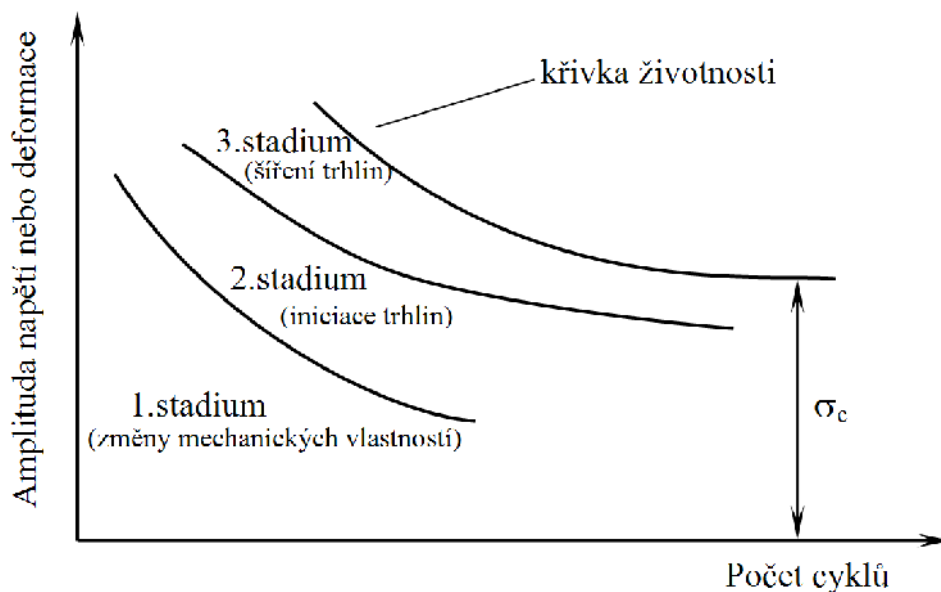
Pro popis nesymetrie zátěžného cyklu se využívá dvou parametrů. Jedná se o parametr  $R$ , což je napětěvý poměr, a parametr  $P$ , což je amplitudový poměr. Tyto parametry jsou určeny:

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} \quad \text{a} \quad P = \frac{\sigma_a}{\sigma_m} \quad (1)$$

Pro tyto parametry tedy platí, že pro symetrický cyklus bude  $R = -1$  a  $P = \infty$ .

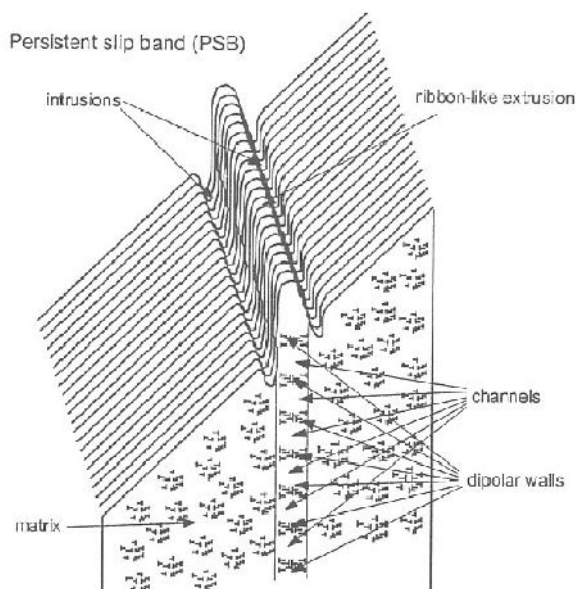
Na obrázku 12 je schématicky naznačeno, jaká jsou rozlišována stádia únavového života. Tato stádia přecházejí plynule z jednoho do druhého a neexistuje mezi nimi žádná zřetelná hranice [11]. V prvním stádiu dochází ke změnám mechanických vlastností. Je to důsledkem změn v celém objemu materiálu, dochází ke změně v uspořádání a mění se hustota mřížkových poruch. V tomto stádiu také popsány změnami dochází k cyklickému zpevnění nebo změkčení materiálu. Druhé stádium, kdy probíhá iniciace trhlin, je omezeno na malou oblast materiálu. Na povrchu materiálu v okolí koncentrátorů napětí dochází k hromadění napětí a deformace, což vede ke vzniku prvních mikrotrhlin. Ve třetím stádiu se vzniklé mikrotrhliny šíří, až jedna z nich přeroste v magistralní trhlina. Tato trhlina se dále šíří až dojde k dostatečnému zeslabení průřezu zkušební tyče a tato se dolomí.

Únavové trhliny vznikají převážně na povrchu, na koncentrátorech napětí. Tyto mohou být různého typu, ať už různé konstrukční a strukturní vruby nebo příliš drsný povrch. Únavové trhliny však vznikají i na hladkých zkušebních tělesech s kvalitním povrchem. Z toho plyne, že existují i mikroskopické příčiny vzniku trhlin.



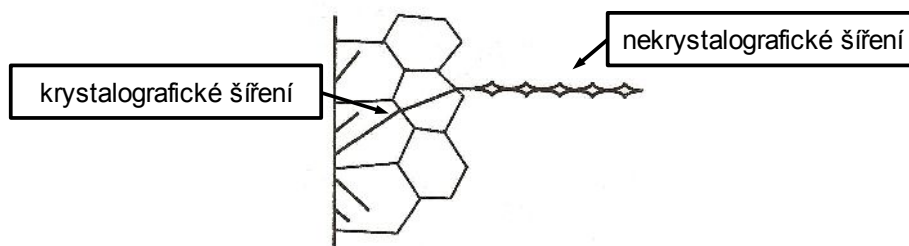
Obr. 12 – Stadia únavového procesu [10]

Na vysvětlení tohoto jevu existují různé modely. Základem je vysvětlení pozorovaného jevu vzniku intruzí a extruzí na povrchu cyklicky zatěžovaného materiálu. Jedním z těchto modelů je Polákův model, který je naznačen na obrázku 13. Zde se předpokládá vznik vakancí v průběhu únavového procesu. Vakance a jejich usměrněná migrace mezi perzistentním skluzovým pásem (PSP) a okolní matricí se podílejí na vzniku intruzí v místech rozhraní PSP a okolní matrice. Tyto bodové poruchy migrují difuzním mechanismem směrem ze skluzového pásu a zanikají na volném povrchu. Okolní materiál je přemísťován proti směru toku vakancí a je vytlačován na povrch skluzového pásu, čímž je tvořena extruze. [12]



Obr. 13 – Perzistentní skluzový pás (PSP), model vzniku intruze a extruze [13]

Stádium šíření únavových trhlin, které je schematicky naznačeno na obrázku 14, je možné rozdělit na dvě části. V první probíhá šíření krátkých trhlin, které probíhá krystalograficky, tedy pod úhlem  $45^\circ$  na působící napětí. Po dosažení určité délky se trhlina stočí kolmo na směr působícího napětí a její šíření se dá popsat pomocí lomové mechaniky, šíření dlouhé trhliny. Tato délka závisí hlavně na použitém materiálu a velikosti napětí.

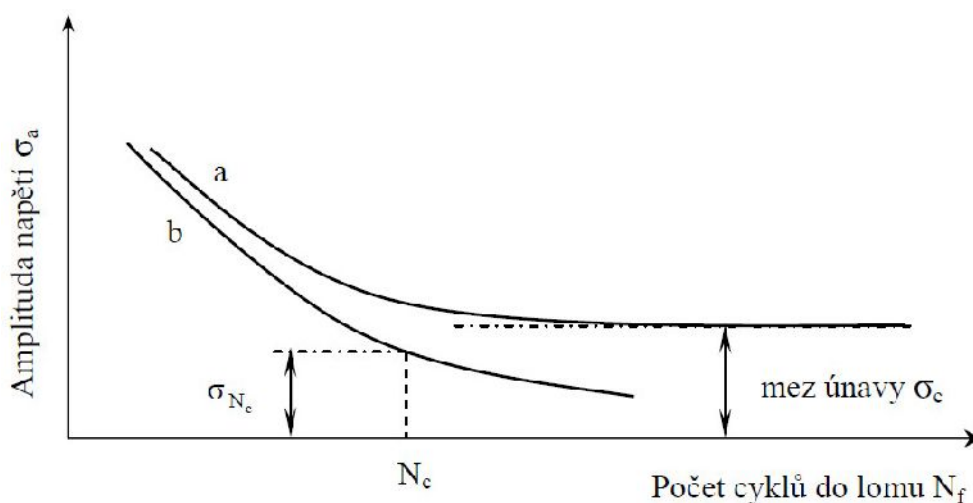


Obr. 14 – Šíření únavové trhliny [14]

### 3.1. Wöhlerova křivka

Jednou ze základních únavových charakteristik je Wöhlerova křivka, také označovaná jako S-N křivka. Je to závislost udávající vztah mezi počtem cyklů do lomu, které se značí  $N_f$ , a amplitudou napětí označovanou jako  $\sigma_a$ . Obvykle se používá semilogaritmické zobrazení, ale v některých případech, jako je například regresní analýza, se používá logaritmické zobrazení.

Z Wöhlerovy křivky, která je schématicky naznačena na obrázku 15, je možné vyčíst mez únavy. Je to taková amplituda napětí, při které ani při dlouhodobém zatěžování (velkém počtu cyklů) nedochází k lomu, značí se  $\sigma_e$ . V případě že se křivka neblíží asymptoticky k určité hodnotě amplitudy napětí a stále klesá, používá se časovaná mez únavy  $\sigma_{N_e}$  stanovená pro určitý počet cyklů.



Obr. 15 – Schéma Wöhlerovy křivky

Pro získání materiálových parametrů  $\sigma'_f$  a  $b$  je možné experimentálně získanými daty závislosti amplitudy napětí na počtu cyklů do lomu, zobrazené v log-log souřadnicích, proložit mocninnou funkcí. Tato funkce má tvar [11]:

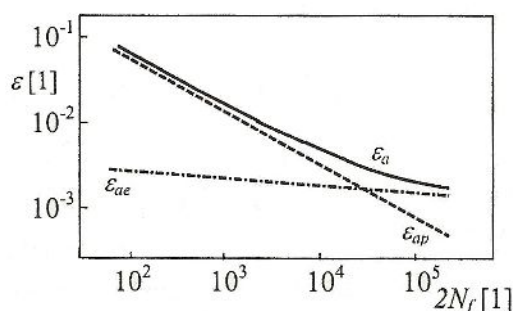
$$\sigma_a = \sigma'_f \cdot (2 N_f)^b, \quad (2)$$

kde je  $\sigma_a$  amplituda napětí,  $\sigma'_f$  součinitel únavové pevnosti,  $N_f$  počet cyklů do lomu nebo do ukončení zkoušky,  $b$  elastický exponent křivky životnosti.

### 3.2. Mansonova-Coffinova křivka

Pokud je u únavové zkoušky použito tvrdé zatěžování, tedy řízenou veličinou u zkušebního stroje je deformace, je výsledkem zkoušky závislost amplitudy plastické deformace na počtu

cyklů do lomu, Mansonova-Coffinova křivka. Tato je schematicky zobrazena na obrázku 16. Obvykle se využívá pro nízkocyklovou únavu.



Obr. 16 – Mansonova-Coffinova křivka [14]

Podobně jako u Wöhlerovy křivky lze také u Mansonovy-Coffinovy křivky získat materiálové parametry, v tomto případě součinitel únavové tažnosti  $\varepsilon'_f$  a plastický exponent  $c$ . Je potřeba experimentálně získanými daty závislosti amplitudy plastické deformace stanovené v polovině životnosti na počtu cyklů do lomu proložit mocninnou funkcí. Tato funkce má následující tvar [11]:

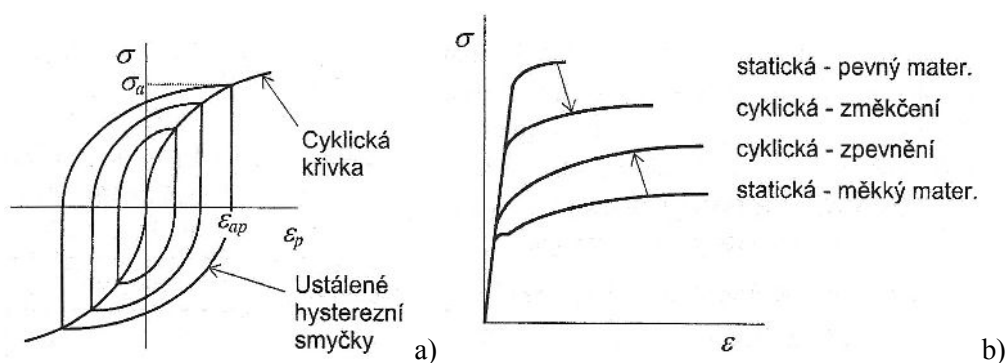
$$\varepsilon_{ap} = \varepsilon'_f \cdot (2 N_f)^c, \quad (3)$$

kde je  $\varepsilon_{ap}$  amplituda plastické deformace,  $\varepsilon'_f$  součinitel únavové tažnosti,  $N_f$  počet cyklů do lomu nebo do ukončení zkoušky,  $c$  plastický exponent křivky životnosti.

### 3.3. Cyklická deformační křivka

V prvním stádiu únavového života materiálu dochází ke změnám v mikrostruktuře materiálu. Toto se může u mechanických vlastností projevit změnou odporu materiálu proti cyklické deformaci. Ta se může zvýšit, snížit, nebo ke změně nemusí dojít. Pomocí cyklické deformační křivky je možné popsat chování daného materiálu.

Cyklická deformační křivka je křivka tvořená vrcholy saturovaných hysterezních smyček, jak se naznačeno na obrázku 17a. Jedná se o závislost smluvního napětí na amplitudě celkové poměrné deformace. V případě, že porovnáme cyklickou a statickou (jednosměrnou) křivku, jak je ukázáno na obrázku 17b, lze z jejich vzájemné polohy v grafu vyčíst, zda materiál cyklicky zpevňuje nebo změkčuje.



Obr. 17 – Cyklická deformační křivka a) z hysterezních křivek, b) porovnání se statickou křivkou [14]

### 3.4. Křivky cyklického změkčení-zpevnění

Křivky cyklického změkčení-zpevnění jsou závislosti amplitudy plastické deformace na počtu cyklů v logaritmických souřadnicích pro různé hodnoty napětí. Amplitudu plastické deformace lze získat změřením šířky hysterezní smyčky v nulové hodnotě napětí, kdy amplitudě plastické deformace odpovídá polovina této šířky.

Pro vytvoření křivek změkčení-zpevnění je potřeba pro každou úroveň zátěžného napětí změřit dostatečný počet hysterezních křivek. Měřený počet hysterezních křivek závisí na počtu cyklů do lomu a hustota odečtu se volí tak, aby vhodně vyplňovala logaritmické měřítko (2, 3, 5, 7, 10, 20, atd.).

Po vynesení všech hodnot do grafu dostaneme závislosti podle jejichž průběhu lze usoudit, zda materiál cyklicky zpevňuje nebo změkčuje. Pokud se amplituda plastické deformace s přibývajícím počtem cyklů snižuje, materiál cyklicky zpevňuje. Pokud by se amplituda plastické deformace zvyšovala, materiál by cyklicky změkčoval. Skokové zvýšení nebo snížení hodnoty amplitudy na konci křivky je obvykle způsobeno rozevíráním trhliny a nevypovídá tedy o cyklickém chování materiálu.



## 4. Cíle práce

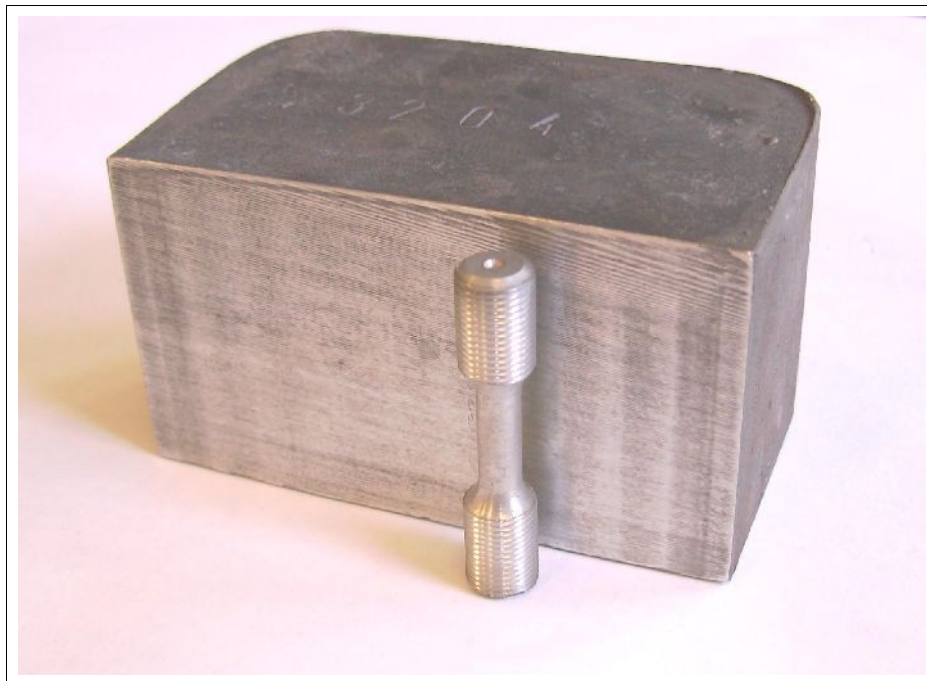
Cílem této práce je zjistit a porovnat únavové vlastnosti u hořčíkové slitiny AZ31 odlité metodou squeeze casting ve které je obsaženo 0,5 % vápníku. Kromě únavových vlastností je popsána morfologie vyskytujících se strukturních fází a provedeno fraktografické hodnocení lomových ploch po únavových zkouškách.

Cíle, kterých má být dosaženo:

- 1) Podrobně kvantifikovat morfologii vyskytujících se strukturních fází uvedené slitiny.
- 2) Stanovit mechanické vlastnosti slitiny – zkouška tahem, měření tvrdosti.
- 3) Experimentálně určit křivky nízkocyklové únavy.
- 4) Faktografické hodnocení lomových ploch.

## 5. Experimentální materiál

Jako experimentální materiál byla použita hořčíková slitina AZ31 s přidaným 0,5 % vápníku, odlitá metodou squeeze casting. Na obrázku 18 je pohled na část bloku odlitého metodou squeeze casting a jedna ze zkušebních tyčí se závitovými hlavami, která byla z tohoto bloku vyrobena. Průměr funkční části tyče je  $d = 6$  mm, pracovní část má délku  $l = 35$  mm.



Obr. 18 – Materiál po odlití a vyrobená zkušební tyč

Chemické složení hořčíkové slitiny AZ31 bylo určeno pomocí optického emisního spektrometru s doutnavým výbojem Spectrumat GDS750. Vzhledem k tomu, že tento přístroj není kalibrován pro měření obsahu vápníku, byl pro jeho určení použit atomový absorpční spektrometr Thermo Solaar M6. Výsledky měření z obou metod a hodnoty určené normou jsou uvedené v tabulce 6. Hodnoty představují průměr ze tří měření a obsah hořčíku je zbytek do 100 procent obsahu.

Z tabulky 6 plyne, že v materiálu není obsaženo požadované množství vápníku. Přesto bude slitina i nadále v práci označována jako AZ31 s 0,5 % Ca.

Tab. 6 – Chemické složení zkoumané hořčíkové slitiny AZ31 SC získané metodou GDOES a AAS

Prvek	Al [hm. %]	Zn [hm. %]	Cu [hm. %]	Mn [hm. %]	Si [hm. %]	Fe [hm. %]	Ni [hm. %]	Ca [hm. %]
AZ31B	2,5–3,5	0,6–1,4	max 0,04	0,20–1,0	max 0,10	max 0,005	max 0,005	není
GDOES	2,51	0,94	0,00	~ 0,45	0,00	0,004	0,00	nelze
AAS								0,141

## 6. Experimentální metody

### 6.1. Mechanické zkoušky

#### 6.1.1. Zkušební stroj pro zkoušku tahem

Zkouška tahem byla provedena na počítačem řízeném zkušebním stroji TIRA Test 2300 vybaveném extenzometrem MFA 2 Mini. Snímání pohybu příčnicku je řešeno optickým inkrementálním snímačem. Maximální zátěžná síla zařízení je 100 kN. Velikost zátěžné síly je měřena vyměnitelnou tenzometrickou hlavou.

#### 6.1.2. Únavový zatěžovací zkušební stroj

Měření nízkocyklové únavy bylo provedeno na servohydraulickém stroji Instron 8801, jehož fotografie je na obrázku 19. Tento zkušební stroj umožňuje zatížení maximální zátěžnou silou o velikosti  $\pm 100$  kN, maximální možná frekvence je 100 Hz a minimální je 0,001 Hz. Stroj je opatřen řídicí jednotkou a lze jej ovládat pomocí počítače, kde je možné také provádět vyhodnocení získaných dat.

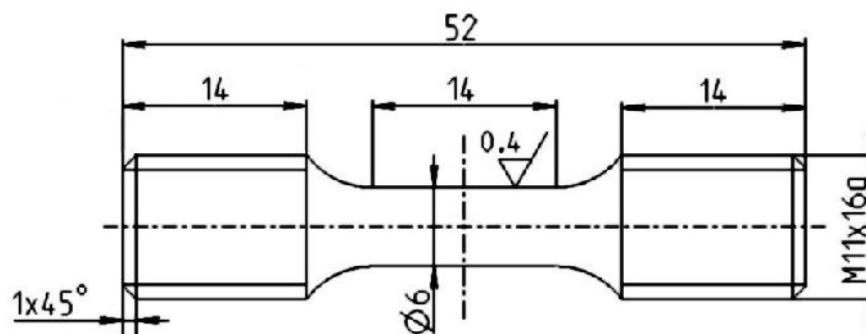
Zátěžná síla je snímána pomocí tenzometrické měřící hlavy a snímání dráhy je vyřešeno pomocí LVD snímače. Ten není ale dostatečně přesný pro měření deformací vzorku a proto se používá extenzometr připojený přímo na zkušební tyč. Vzdálenost břitů extenzometru je 12,5 mm.



Obr. 19 – Servohydraulický zkušební stroj Instron 8801

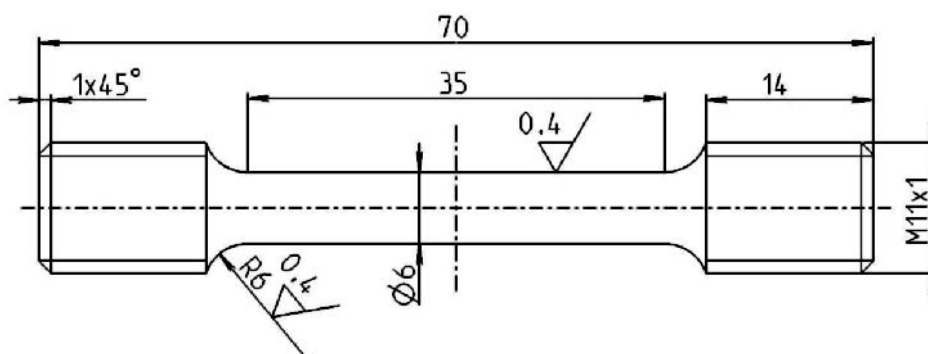
### 6.1.3. Zkušební tyče pro únavu a zkoušku tahem

Na schématu 20 je naznačen tvar a rozměry zkušební tyče pro únavovou zkoušku. Průměr tyče je 6 mm a měrná délka 35 mm. Tyče jsou na obou koncích opatřeny závitovými hlavami. Velikost délky snímané pomocí extenzometru byla 12,5 mm.



Obr. 20 – Schéma tyče pro únavovou zkoušku

Na schématu 21 je naznačen tvar a rozměry zkušební tyče pro zkoušku tahem. Jedná se o poměrnou zkušební tyč válcovou se závitovými hlavami.



Obr. 21 – Schéma zkušební tyče pro zkoušku tahem

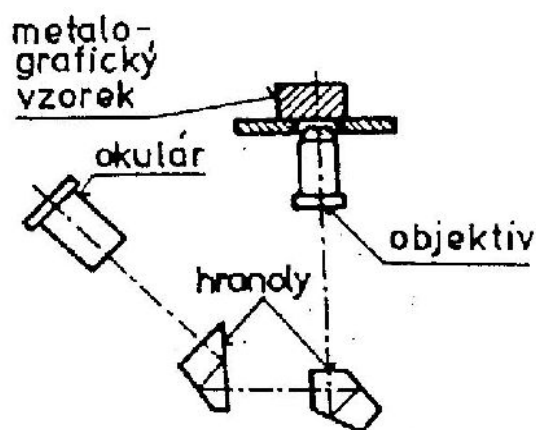
## 6.2. Světelná mikroskopie

Pro pozorování povrchu vzorků (metalografických výbrusů) byl použit světelný mikroskop Olympus GX71 s digitální kamerou Olympus DP11. Jedná se o metalografický mikroskop v převráceném uspořádání využívající pro pozorování viditelnou část spektra elektromagnetického záření.

Základem světelného mikroskopu je soustava čoček, které jsou uspořádány tak, aby bylo dosaženo požadovaného zvětšení, vysokého kontrastu, vysoké rozlišovací schopnosti a poměrně velké hloubky ostroty. Zjednodušené schéma světelného mikroskopu v převráceném (Le Chatelierově) uspořádání je na obrázku 22.

Hlavní části světelného mikroskopu jsou objektiv a okulár, což jsou v podstatě dvě na sebe navazující soustavy čoček. Výsledné zvětšení je součin zvětšení objektivu a okuláru. Objektiv zvětšuje přímo pozorovaný předmět a okulár zvětšuje obraz vytvořený objektivem, to značí, že rozlišení detailů je dáno objektivem. Rozlišovací schopnost je nejmenší vzdálenost dvou bodů, které jsou od sebe ještě rozlišitelné.

Další důležitou charakteristikou je hloubka ostrosti objektivu. Je to vzdálenost, ve které je pozorovaný povrch ostře viditelný. Pro dosažení kvalitního obrazu a vysoké rozlišovací schopnosti je důležitý dostatečný kontrast a optimální množství světla odraženého od povrchu vzorku. K dosažení vysokého kontrastu existují různé metody pozorování jako světlé a tmavé pole, polarizované světlo nebo fázový a interferenční kontrast. Tyto metody však nelze použít u všech mikroskopů, je třeba aby byl patřičně vybaven. [15]



Obr. 22 – Schéma uspořádání metalografického mikroskopu [15]

### 6.2.1. Příprava vzorků pro pozorování

Příprava metalografických výbrusů z hořčíkových slitin pro pozorování ve světelném mikroskopu není snadná. Při přípravě může snadno dojít ke vzniku artefaktů ve struktuře.

Zalisování vzorků bylo provedeno obvyklým způsobem za použití lisu struers LaboPress-3. Broušení na brusných papírech s drsností 400, 1200, 4000 pod vodou na zařízení struers Dap-7 s přitlačnou hlavou Pedemin-2. Leštění bylo provedeno pomocí 3  $\mu\text{m}$  a poté 1  $\mu\text{m}$  diamantové pasty, za použití smáčedla na neželezné kovy (struers – červené).

Pro vyvolání struktury bylo použito leptání pomocí směsi acetic picral, která se skládá z 5 ml kyseliny octové, 6 g kyseliny pikrové, 10 ml  $\text{H}_2\text{O}$  a 100 ml ethanolu [1]. Strukturu je možné vyvolat také naleptáním pomocí 2% nitalu.

### 6.2.2. Stereomikroskop

Používá se na pozorování vzorků při relativně malém zvětšení, ale s velkou hloubkou ostrosti, takže je vhodná k pozorování i členitých lomových ploch. V této práci byla pro získání snímků lomových ploch použita stereomikroskop Olympus SZH10 s osvětlením Highlight 2001 a fotoaparát Olympus C-5050.

### 6.2.3. Fázový kontrast

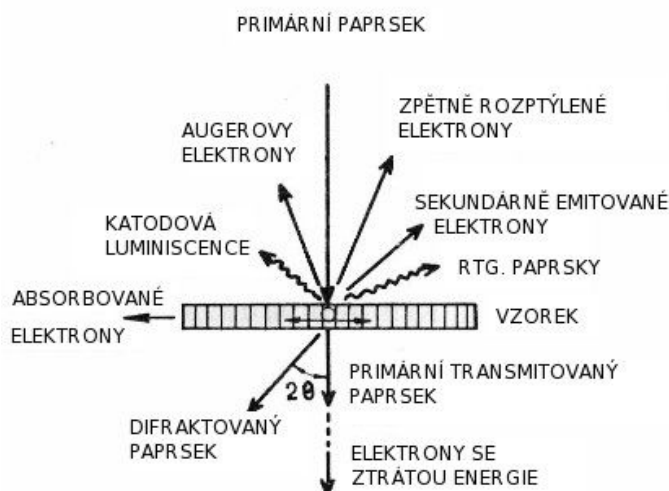
Metoda fázového kontrastu je založena na fázovém posunutí světelných vln. Výškové rozdíly povrchového reliéfu pozorovaného vzorku způsobují fázové posunutí sousedních vln odraženého světla, což má v konečném důsledku vliv na změnu jejich intenzit. Pomocí této metody lze pozorovat rozdíly v převýšení v rozmezí 1–5 nm. Tento princip využívá i metoda diferenciálního interferenčního kontrastu – Nomarski. Zde jsou výškové rozdíly na pozorované ploše zobrazeny změnou barvy, nejde však o skutečné barvy pozorovaného povrchu.

### 6.3. Elektronová mikroskopie

Pro získání snímků lomových ploch a analýzu složení fází na metalografických výbrusech byl použit rastrovací elektronový mikroskop Philips XL30 vybavený energiovým dispersním spektrometrem EDAX.

Elektronový mikroskop využívá pro pozorování proud elektronů, které interagují, ve většině případů, s elektricky vodivým vzorkem. Vzorek může být pro elektrony průchozí a musí tedy být velice tenký, nebo neprůchozí a může to tedy být například metalografický vzorek. Podle toho se také elektronová mikroskopie dělí na transmisní, kdy elektrony prochází vzorkem, a rastrovací, kdy jsou elektrony vychylovány po povrchu vzorku.

Při interakci proudu elektronů (primárního paprsku) s pozorovaným vzorkem vzniká řada detekovatelných signálů, jak je naznačeno na obrázku 23. Jedná se o souhrnný obrázek pro případ rastrovací i transmisní elektronové mikroskopie.



Obr. 23 – Signály vznikající při interakci elektronů a vzorku

#### 6.3.1. Rastrovací elektronová mikroskopie

Využívá se signálů vzniklých při interakci proudu elektronů dopadajících na povrch vzorku. Při interakci elektronů s elektronovým obalem atomů pozorovaného vzorku dochází k odrazu elektronů – BSE, nebo vyražení sekundárních elektronů – SE. Kromě toho vznikají i Augerovy elektrony a RTG záření.

Rastrovací elektronový mikroskop může být kromě pozorování povrchu vzorků vybaven také detektory pro analýzu lokálního chemického složení. K tomuto účelu se používají detektory WDS, tedy vlnově dispersní spektrometr, a EDS, energiově dispersní spektrometr. Obě metody využívají k určení složení pozorované struktury charakteristické RTG záření.

Velkou výhodou REM oproti SM je velké zvětšení v širokém rozsahu a velká hloubka ostrosti. Nevýhodou je potřeba umístění vzorků do vakua a potřeba, aby vzorky byly elektricky vodivé.

Vysoká hloubka ostrosti a možnost změny zvětšení v širokém rozsahu byla právě využita pro pozorování lomových ploch u únavových zkušebních tyčí. Možnosti lokální chemické analýzy byly také využity k přibližnému určení vyskytujících se strukturních fází u metalografických výbrusů.

## 6.4. Instrumentální analytické metody

Pro přesnější určení a kontrolu chemického složení použitého experimentálního materiálu byly využity tzv. instrumentální analytické metody. Jde o metodu GDOES a AAS, které umožňují objemovou analýzu chemického složení. Výsledky měření pomocí těchto metod jsou uvedeny v tabulce 6 u popisu experimentálního materiálu.

### 6.4.1. Optická emisní spektrometrie

Optická emisní spektrometrie s doutnavým výbojem je jedna z metod používaná k určení chemického složení materiálu. V tomto případě byl použit spektrometr s doutnavým výbojem Spectramat GDS 750.

Zařízení využívá záření emitovaného atomy po excitaci doutnavým výbojem v Grimmově lampě. Grimmova lampa funguje na principu odprašování vrstvy atomů materiálu pomocí ionizovaných atomů argonu. Získané záření je rozloženo pomocí polychromátoru a detekováno fotonásobiči. Pro každý měřený prvek je potřeba, aby byl přístroj vybaven patřičně umístěným fotonásobičem (tzv. kanál), a pro kvantitativní analýzu také potřebnými standardy.

### 6.4.2. Atomový absorpční spektrometr

Pro určení obsahu vápníku v použitém experimentálním materiálu byl použit atomový absorpční spektrometr Thermo Solaar M6, jehož fotografie je na obrázku 24. Pomocí klasického mokrého rozkladu byl vzorek zkoumané slitiny převeden do objemu roztoku. Byla k tomu použita koncentrovaná kyselina dusičná.

Metoda je založena na absorpci fotonu vyvolané termickým buzením. Základem zařízení je zdroj specifického záření (HCL, SuperLamp), měrná cela obsahující volné atomy, a optický a detekční systém. Atomizace vzorku může být provedena různými způsoby, například plamenem nebo elektrotermickou atomizací v grafitové kyvetě. Specifické záření, které prošlo měrnou celou je optickým systémem vedeno na monochromátor, který vybere jen přesně danou vlnovou délku záření. Toto záření je dále detekováno a na základě toho je vyhodnocen obsah určitého prvku.



Obr. 24 – Atomový absorpční spektrometr

## 7. Výsledky

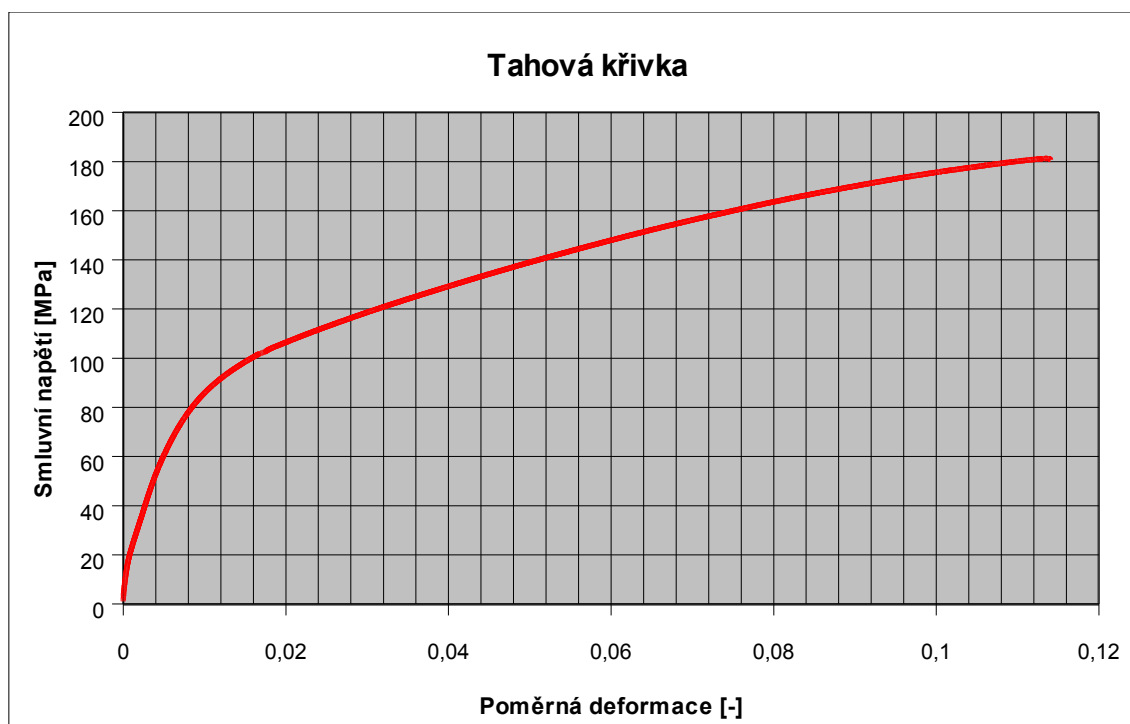
### 7.1. Zkouška tahem

Na zkoumaném materiálu byla, kromě únavových zkoušek, provedena také zkouška tahem pro zjištění základních mechanických vlastností. Naměřené hodnoty jsou uvedeny v tabulce 7 a na obrázku 25 je uvedena tahová křivka pro zkušební tyč 2.

Tab. 7 – Výsledky tahových zkoušek

Vzorek	$F_b$	E	$R_{p0,2}$	Z	$F_{max}$	t	$R_m$	v	A	a	$L_u$	$S_u$	$E_s$
č.	N	GPa	MPa	%	N	sec	MPa	mm/min	%	mm	mm	mm <sup>2</sup>	GPa
2	5109	40,96	81	7,20	5125	114,73	182	1,96	9,93	5,99	32,98	26,15	38,60
3	5399	25,22	75	9,46	5509	147,96	196	1,62	10,40	5,98	33,12	25,43	36,20
4	5540	21,12	74	12,95	5644	180,82	201	1,60	12,50	5,98	33,75	24,45	38,40
5	5427	22,95	74	9,14	5472	161,20	195	1,57	9,63	5,98	32,89	25,52	32,12
Průměr	5369	27,56	76	9,69	5438	151,18	193	1,69	10,62	5,98	33,19	25,39	36,33
Odchylka	184	5,06	0,81	2,39	221	27,80	8,16	0,18	1,29	0,00	0,39	0,70	3,01

Pro měření byl použit počítačem řízený zkušební stroj TIRA Test 2300. Řízenou veličinou při zatěžování byla rychlost příčnicku. Modul pružnosti E a smluvní mez kluzu  $R_{p0,2}$  byly určeny jako těživa z bodu 200 N do 1000 N. Pro přesné určení modulu pružnosti  $E_s$  byla provedena tečna v bodě 0–350 N. Pro snímání byl použit extenzometr MFA 2 Mini.



Obr. 25 – Průběh tahové křivky Mg slitiny AZ31 S. C. s 0,5 %Ca.

### 7.2. Měření tvrdosti

Tvrdost materiálu byla měřena na metalografických výbrusech. Bylo provedeno měření mikrotvrdosti metodou Vickers a měření tvrdosti metodou Brinell. Byl použit mikrotvrdoměr LECO LM247AT vybavený softwarem pro automatické měření AMH 2000 a digitální tvrdoměr LECO HBE300. Vyhodnocení tvrdosti podle Brinella bylo provedeno pomocí



stereomikroskopu SZ61-TR se softwarem Olympus QuickPHOTO Industrial 2.3. V tabulce 8 jsou naměřené hodnoty pro obě metody.

**Tab. 8 – Tvrdost dle Vickerse a Brinella pro AZ31 s 0,5 % Ca**

Metoda	1. měření	2. měření	3. měření	x	s
Vickers HV 0,01	66,9	68,6	65,9	67,1	0,79
Brinell HBW 2,5/62,5	53	54	57	54,7	1,2

### 7.3. Únavová zkouška

Měření byla provedena na servohydraulickém zkušebním stroji Instron 8801. Byl použit mód řízení amplitudy napětí a pomocí extenzometru umístěném na zkušebním vzorku byla měřena deformace. Při nižších zátěžných napětích (50 a 55 MPa) byla použita frekvence 20 Hz při vyšších to byly 3 Hz. V tabulce 9 jsou uvedena naměřená data, uvedené amplitudy deformací byly určeny pro poloviční počet cyklů do lomu  $N_f/2$ .

Na základě těchto údajů byla vynesena závislost amplitudy napětí na počtu cyklů do lomu označovaná jako Wöhlerova křivka nebo také S-N křivka. Dále závislost amplitudy plastické deformace na počtu cyklů do lomu – odvozená Mansonova-Coffinova křivka. Pro zjištění, zda materiál cyklicky zpevňuje či změkčuje, byla také vynesena závislost amplitudy napětí na amplitudě celkové deformace – cyklická deformační křivka, která byla porovnána se statickou křivkou. Na závěr byly vytvořeny křivky cyklického změkčení-zpevnění. Jednotlivé závislosti jsou popsány v následujících kapitolách.

**Tab. 9 – Hodnoty naměřené při únavovém zatěžování vzorků**

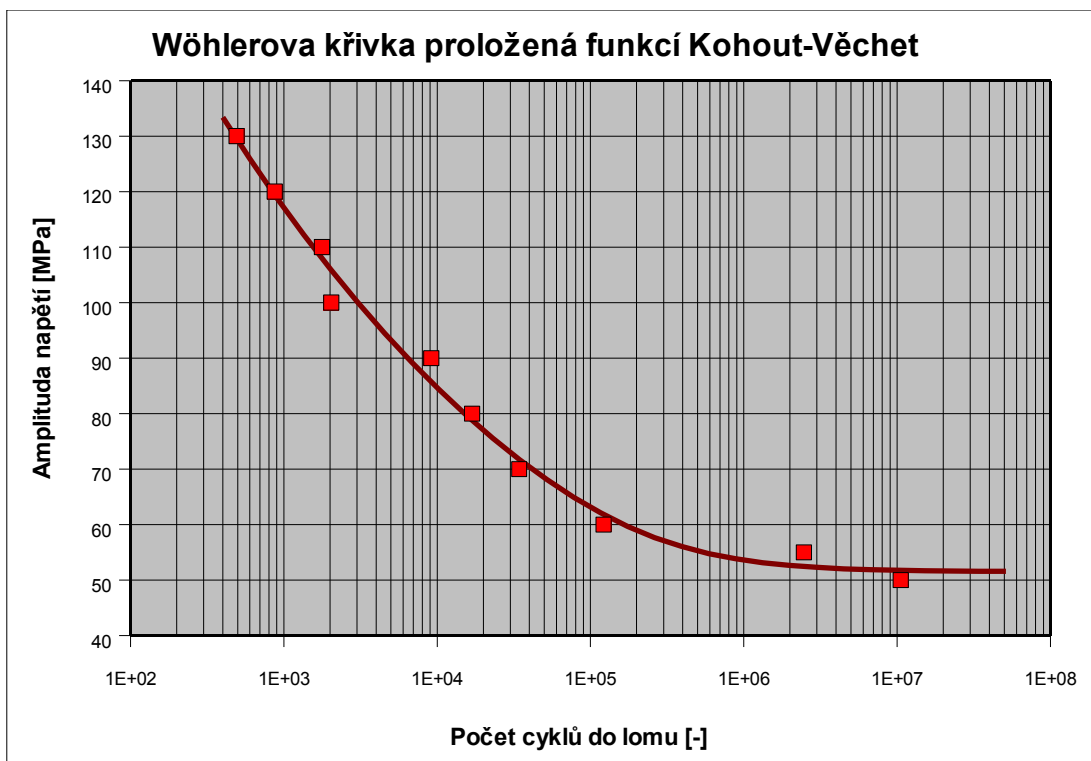
Únava AZ31 S.C. L.S. + 0,5% Ca, d=6,00mm, l=12,5mm, Instron 8801								
Č. vzorku	Amplituda napětí	Amplit celk def	Amplit plast def	Amplit el def	Nf	Nf/2	f	Průběh amp plast def
	[MPa]	[-]	[-]	[-]			[Hz]	
1	100	0,004175	0,001300	0,002875	2040	1000	3	klesá
2	120	0,006720	0,002815	0,003905	871	431	3	klesá
3	80	0,002585	0,000535	0,002050	16879	8213	3	klesá
4	60	0,001500	0,000120	0,001380	121704	71010	3	klesá
5	50	0,001134	0,000012	0,001122	10563171	5232518	20	klesá
6	90	0,003200	0,000763	0,002438	9149	4566	3	klesá
7	70	0,002000	0,000290	0,001710	34256	18132	3	klesá
8	110	0,005170	0,001750	0,003420	1774	885	3	klesá
9	55	0,001270	0,000025	0,001245	2468180	1433682	20	klesá
10	130	0,008550	0,004275	0,004275	492	248	3	klesá

#### 7.3.1. S-N křivka (Wöhlerova křivka)

Na různých napěťových hladinách bylo provedeno únavové zatěžování vzorků. Výsledkem je Wöhlerova křivka zobrazená na obrázku 26. Jednotlivé naměřené body jsou proloženy křivkou podle funkce Kohout-Věchet:

$$\sigma = \sigma_0 \cdot \left( \frac{N_f}{N_f + C} \right)^b \quad (4).$$

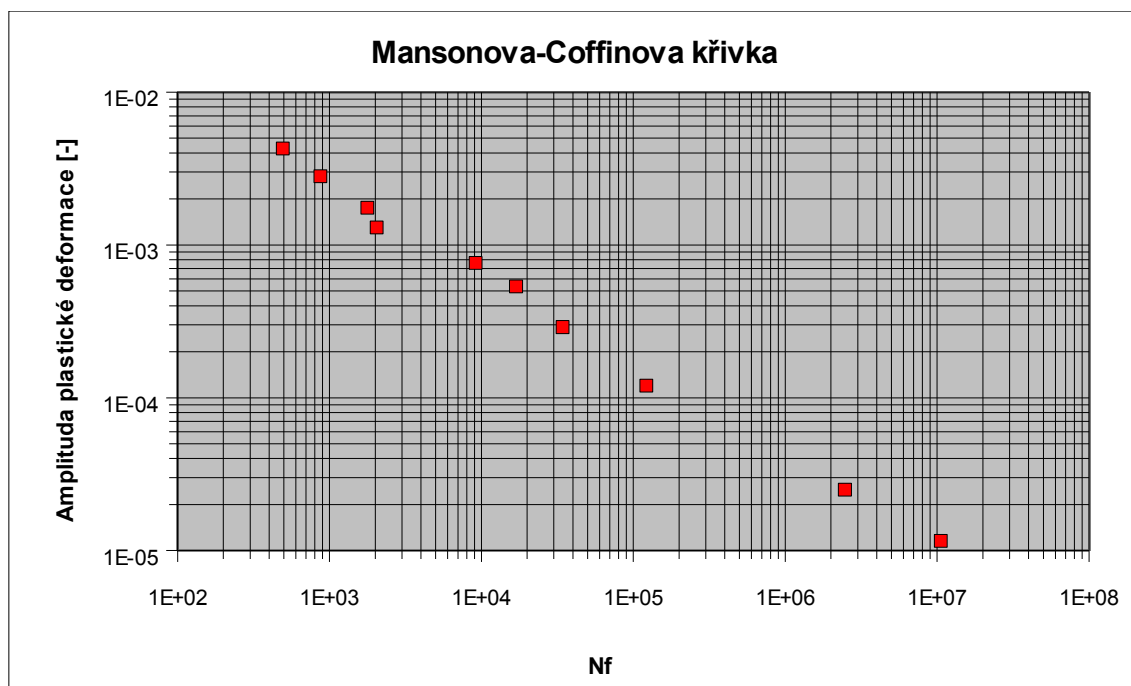
Proložení naznačuje, že materiál má mez únavy. Z také obrázku plyne, že nedochází k žádné nespojitosti v průběhu křivky a to ani při změně frekvence zatěžující síly.



Obr. 26 – S-N křivka Mg slitiny AZ31 SC s 0,5 % Ca

### 7.3.2. Mansonova-Coffinova křivka

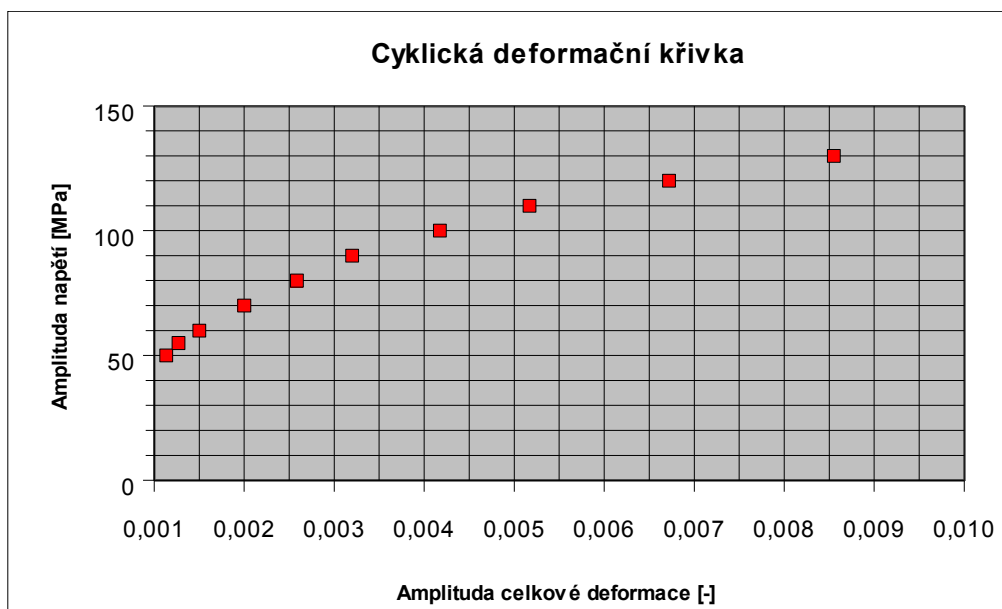
Závislost amplitudy plastické deformace na počtu cyklů do lomu již plně v logaritmickém měřítku je zobrazena na obrázku 27. Jedná se o odvozenou Mansonovu-Coffinovu křivku, protože byla získána přepočtem z naměřených hodnot (měkké zatěžování, řízení síly). Stejně jako u Wöhlerovy křivky ani zde se neobjevuje nějaká nespojitost.



Obr. 27 – Odvozená Mansonova-Coffinova křivka Mg slitiny AZ31 SC + 0,5 % Ca

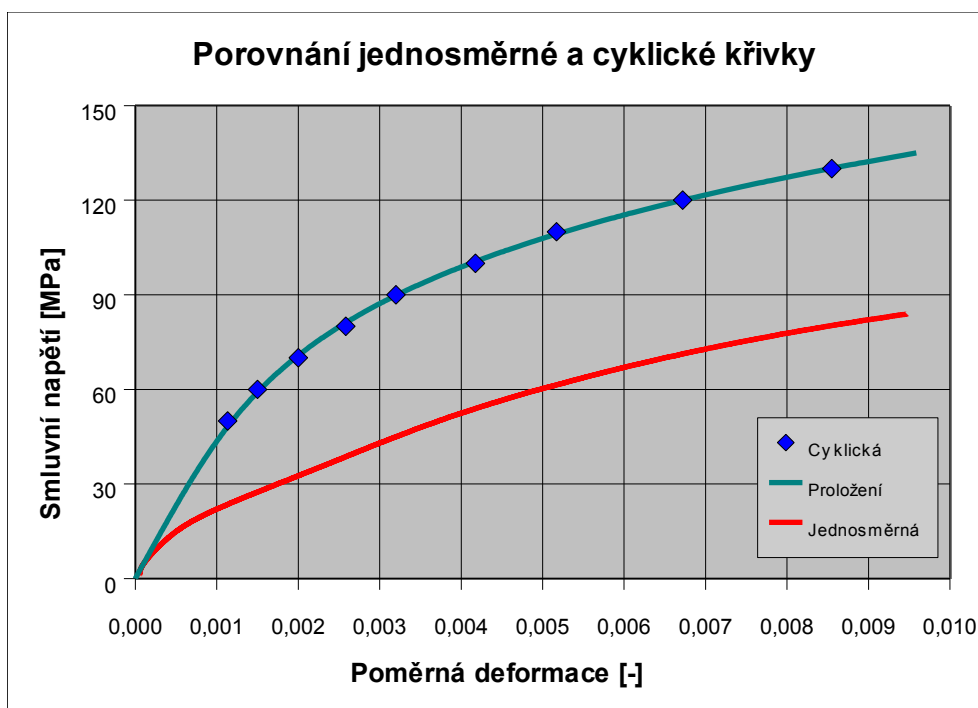
### 7.3.3. Cyklická deformační křivka

Jak již bylo zmíněno jedná se o závislost smluvního napětí na amplitudě celkové poměrné deformace a je vynesena na obrázku 28. V případě, že porovnáme cyklickou a statickou (jednosměrnou) křivku lze z jejich vzájemné polohy v grafu vyčíst, zda materiál cyklicky zpevňuje nebo změkčuje.



Obr. 28 – Cyklická deformační křivka

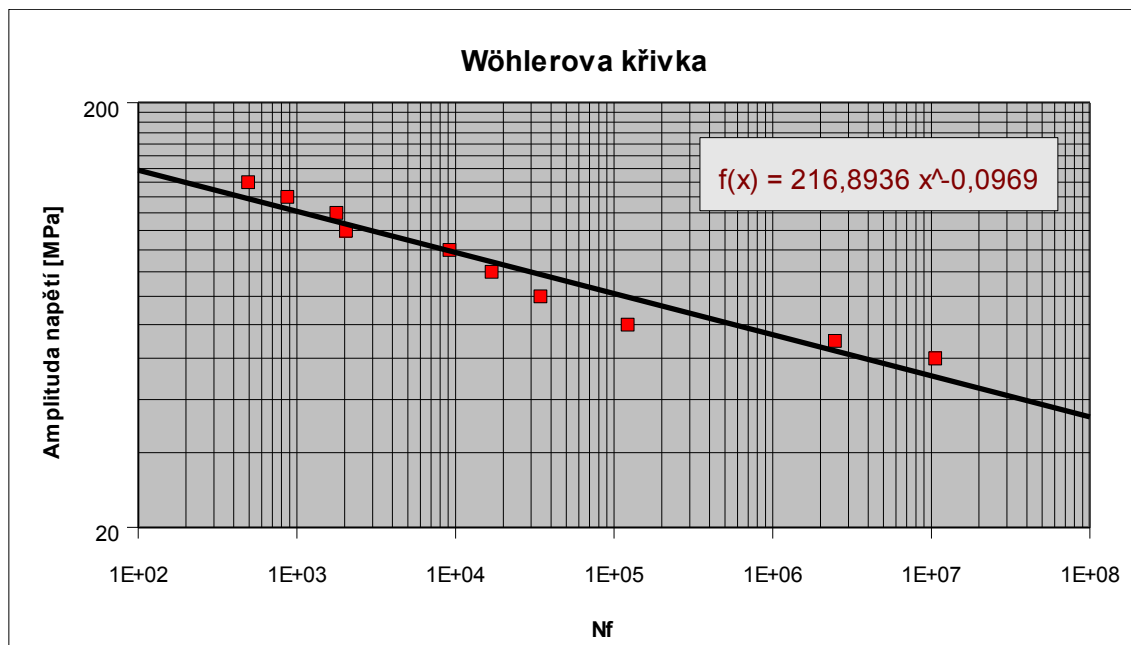
Na obrázku 29 je provedeno porovnání cyklické a jednosměrné křivky. Z tohoto porovnání jasně vyplývá, že cyklická deformační křivka se nachází nad jednosměrnou křivkou což značí, že hořčíková slitina AZ31 SC s přídavkem 0,5 % vápníku cyklicky zpevňuje. Tahová křivka na obrázku 29 není zobrazena celá z důvodu lepšího porovnání křivek.



Obr. 29 – Porovnání cyklické a jednosměrné křivky slitiny AZ31

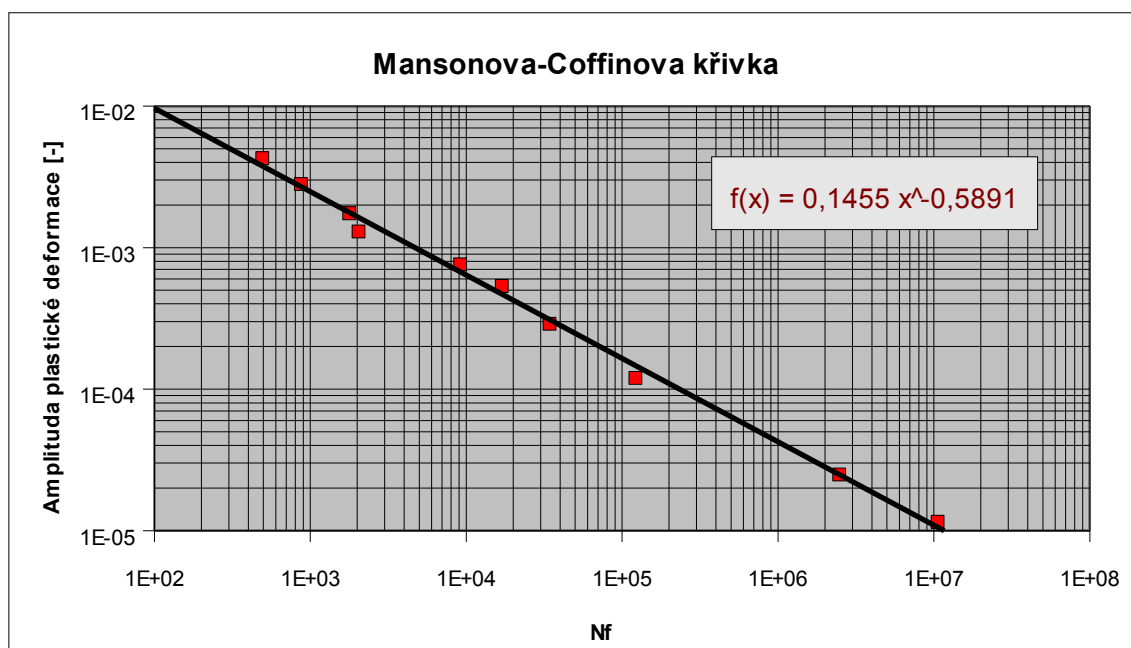
### 7.3.4. Parametry regresních funkcí

Získání parametrů regresních funkcí bylo provedeno pomocí tabulkového procesoru. Na obrázku 30 je vynesena Wöhlerova křivka v logaritmických souřadnicích proložená regresní přímkou, jejíž rovnice je v tomto obrázku také vypsána. Po porovnání této rovnice s rovnicí (2) lze dojít k výsledku který je shrnut v tabulce 10, tj. že  $\sigma'_r = 216,8936$  a  $b = -0,0969$ .



Obr. 30 – Wöhlerova křivka v log-log souřadnicích s regresní přímkou

Na obrázku 31 byla, podobně jako v předchozím případě, vynesena v logaritmických souřadnicích závislost amplitudy plastické deformace na počtu cyklů do lomu, Mansonova-Coffinova křivka. Proložením bodů regresní křivkou byla získána rovnice, ze které byly po porovnání s rovnicí (4) získány regresní parametry, které jsou shrnuty v tabulce 10, tedy  $\epsilon'_r = 0,1455$  a  $c = -0,5891$ .



Obr. 31 – Odvozená Mansonova-Coffinova křivka proložená regresní přímkou

Parametry proložení Wöhlerovy křivky zobrazené na obrázku 26 jsou shrnuty v tabulce 11. Jak již bylo dříve zmíněno, jedná se o proložení pomocí funkce Kohout-Věchet (rovnice 4).

Tab. 10 – Parametry regresních funkcí pro naměřené hodnoty

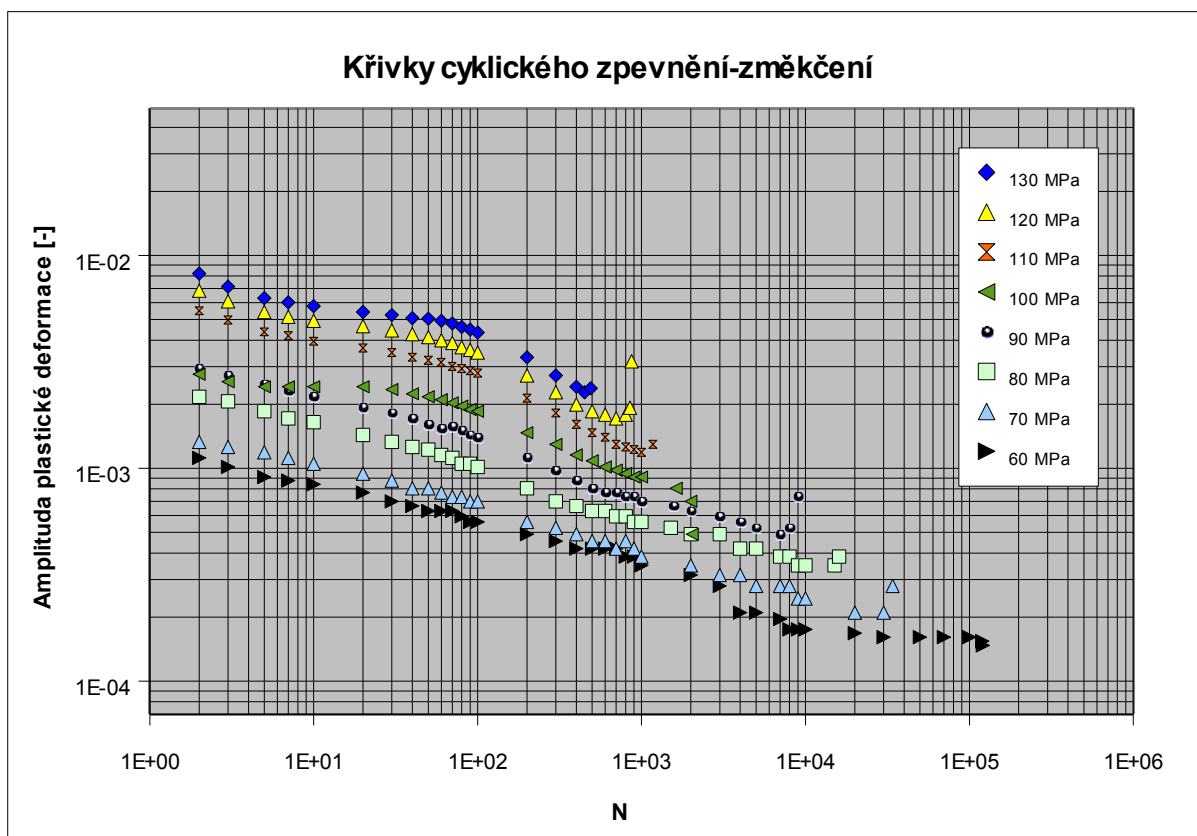
Parametry regresních funkcí (2) a (3) pro slitinu AZ31 SC			
$\sigma'_f$	$\epsilon'_f$	b	c
216,89	0,1455	-0,0969	-0,5891

Tab. 11 – Parametry funkce Kohout-Věchet použité u proložení Wöhlerovy křivky

$\sigma_0$	b	C
51,54	-0,1426	314638,97

### 7.3.5. Křivky cyklického změkčení-zpevnění

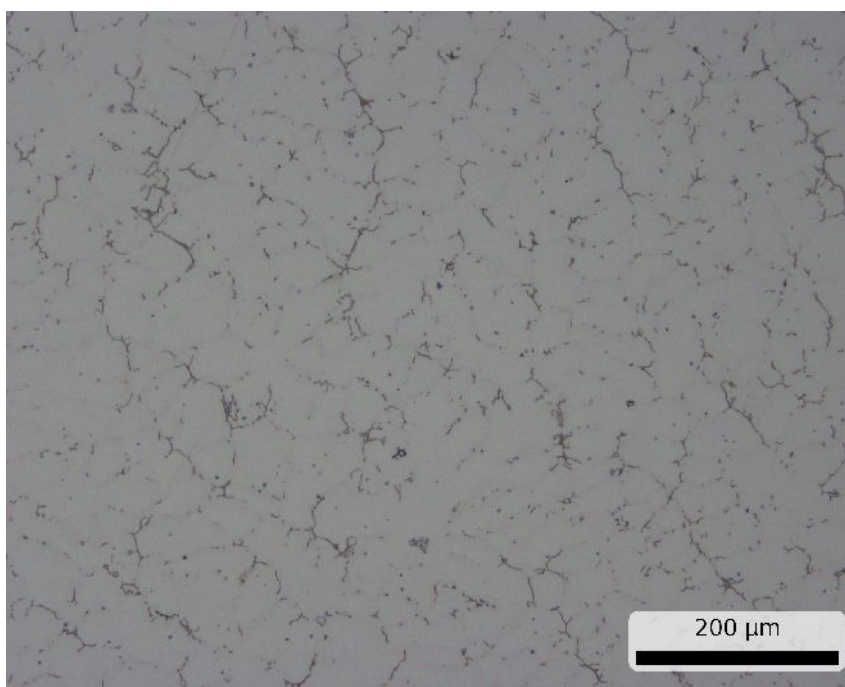
Křivky cyklického změkčení-zpevnění, které jsou na obrázku 32, byly vytvořeny analýzou hysterezních smyček jak je popsáno dříve v teoretické části práce. Z obrázku jasně vyplývá, že materiál cyklicky zpevňuje, protože se zvyšujícím se počtem cyklů se snižuje dosažená amplituda plastické deformace při zachování velikosti zátěžné síly.



## 7.4. Morfologie strukturních fází

Podle chemického složení se mírně liší mikrostruktura jednotlivých hořčíkových slitin typu AZ. Největší vliv na strukturu a mechanické vlastnosti má rozdílný obsah hliníku. Například u slitiny AZ91 se ve struktuře poměrně jasně vyskytuje diskontinuální precipitát, který u AZ31 není tak patrný. Kromě precipitátů po hranicích zrn se ve struktuře vyskytují i vměstky a příležitostně také řediny.

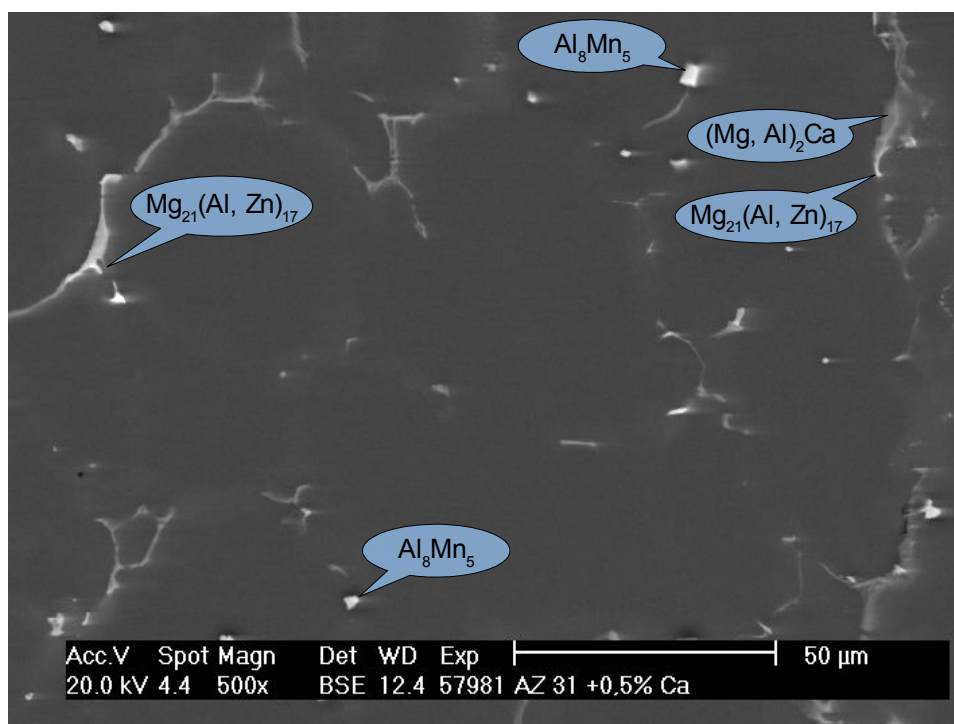
Na obrázku 33 je fotografie struktury hořčíkové slitiny AZ31 s 0,5 % Ca, která byla pořízena pomocí světelného mikroskopu Olympus GX71. Struktura byla vyvolána leptáním směsí s kyselinou pikrovou jak je popsáno dříve.



Obr. 33 – Mikrostruktura Mg slitiny AZ31 SC s 0,5 % Ca, SM, leptáno kys. pikrová

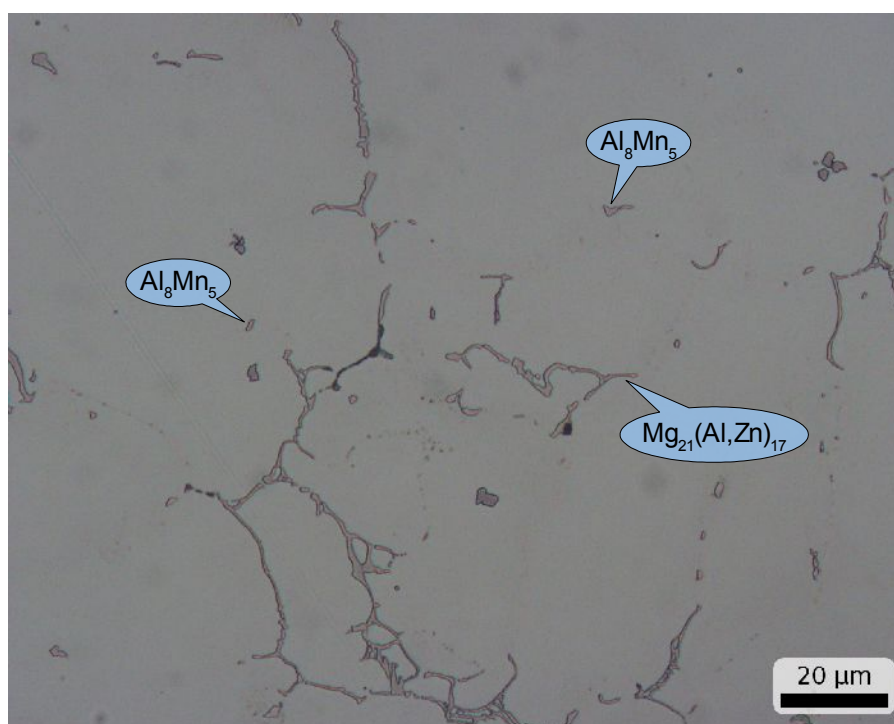
Na obrázku 34 je zobrazena mikrostruktura zkoumané slitiny, získaná pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu, zde jsou také naznačeny vyskytující se fáze. Místa, kde byly provedeny bodové analýzy chemického složení EDS analyzátozem, jsou naznačena v příloze 1. Výsledky jednotlivých analýz jsou v příloze 2–8.

Podle analýzy chemického složení a literatury ([1], [4], [2], [16]) bylo odhadnuto, jaké fáze se ve struktuře slitiny vyskytují. Základní matrice je tvořena hořčíkem s malým množstvím hliníku. Po hranicích zrn je to fáze  $Mg_{17}Al_{12}$ . Z bodové analýzy chemického složení (místo 3 a 4) vyplývá, že přidaný vápník se vyskytuje pouze po hranicích zrn, kde tvoří fázi  $(Mg, Al)_2Ca$ . Na hranicích zrn, obzvláště na koncích a výběžcích útvarů se vyskytuje zinek, nejspíše jako  $Mg_{21}(Al, Zn)_{17}$ . Ve struktuře se také vyskytují náhodně rozptýlené částice  $Al_8Mn_5$ .



Obr. 34 – Mikrostruktura slitiny AZ31 s 0,5 % Ca, REM, označení míst analýz

Na obrázku 35 je fotografie mikrostruktury zkoumané slitiny pořízená světelným mikroskopem s vyznačením vyskytujících se fází, podle výsledků bodové EDS analýzy.



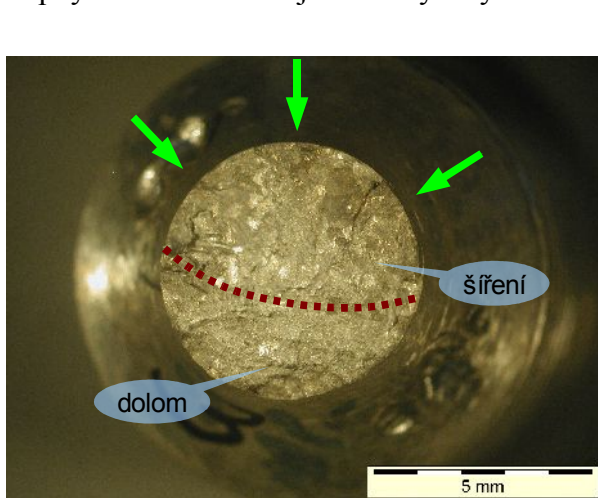
Obr. 35 – Mikrostruktura slitiny AZ31 SC s 0,5 % Ca, SM, leptáno kys. pikrová



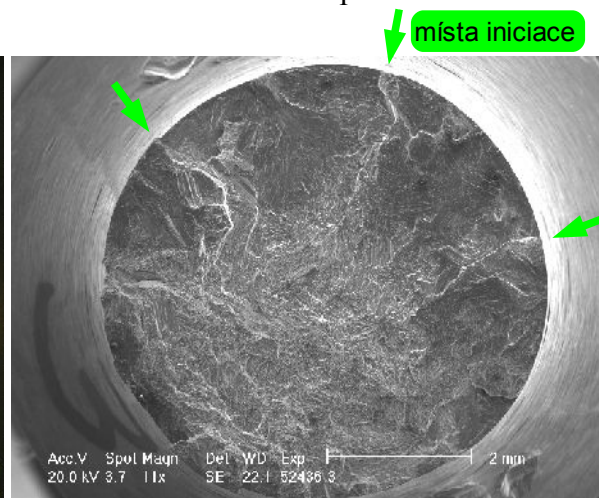
## 7.5. Fraktografické hodnocení lomových ploch

Snímky pro hodnocení lomových ploch byly pořízeny na rastrovacím elektronovém mikroskopu PGM 50 a pomocí stereomikroskopu SZH10. Pro fraktografické hodnocení byly vybrány tři zkušební tyče zatížené na různých úrovních napětí – 80, 60 a 55 MPa.

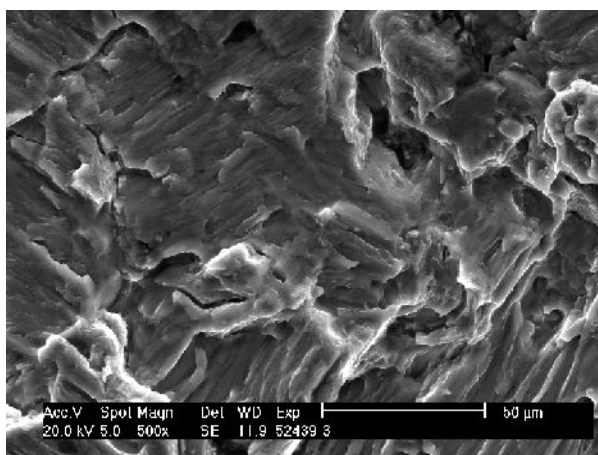
Obrázky 36–39 ukazují lomové plochy pořízené na zkušební tyči č. 3, která byla cyklicky zatěžována na hladině 80 MPa. Na obrázku 36 je zobrazen celkový pohled na lomovou plochu zkušební tyče pořízený za použití stereomikroskopu. Na lomu je několik iniciačních center, také je zde naznačena oblast šíření únavové trhliny a oblast statického dolomení. Na obrázku 37 je obdobný pohled získaný pomocí REM, kde jsou opět dobře viditelná místa iniciace a statický dolom, který se vyznačuje transkrystalickým štěpným chováním. V oblasti šíření únavové trhliny, která je zobrazena na obrázku 38, je charakter porušení transkrystalický štěpný. Na obrázku 39 jsou zachyceny striace v oblasti šíření únavového porušení.



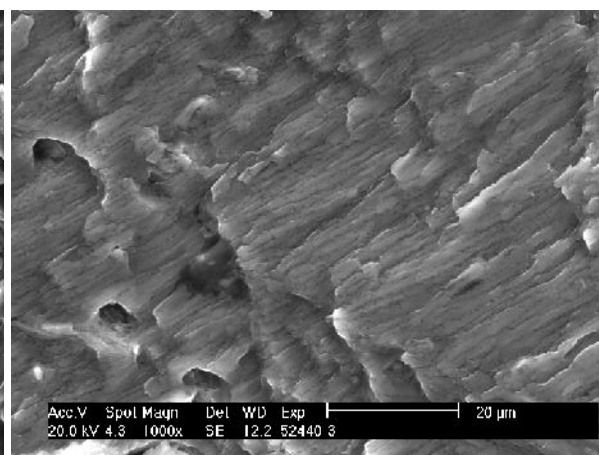
Obr. 36 – Celkový pohled na lomovou plochu, únava 80 MPa, vz. 3, stereomikroskop



Obr. 37 – Celkový pohled na lomovou plochu, únava 80 MPa, vz. 3, REM



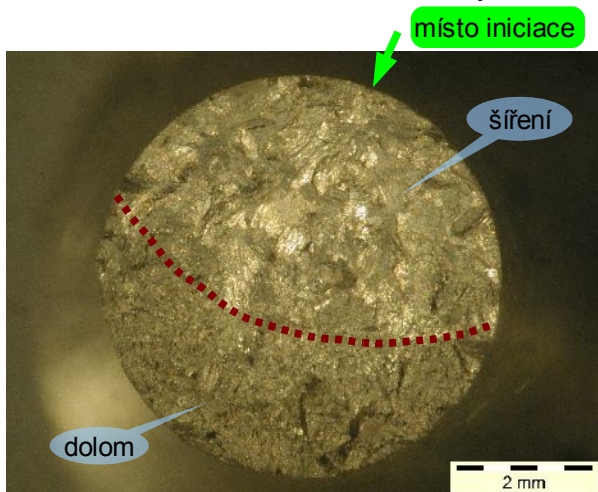
Obr. 38 – Únavová plocha, únava 80 MPa, vz. 3, REM, transkrystalický štěpný



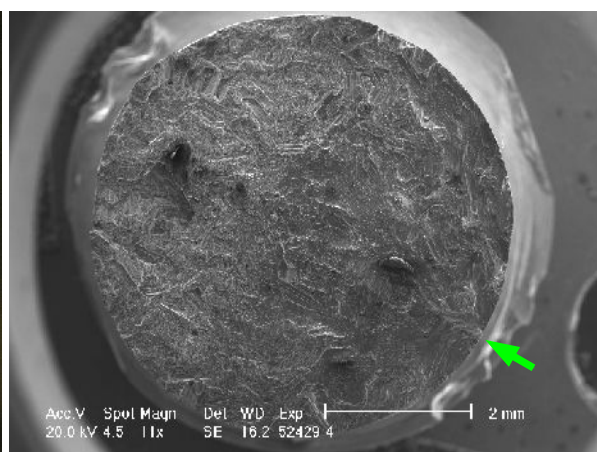
Obr. 39 – Striace, únava 80 MPa, vz. 3, REM



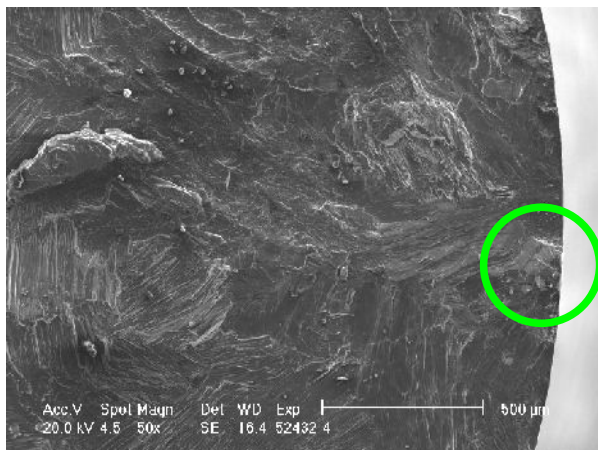
Následující obrázky 40–43 ukazují lomové plochy pořízené na zkušební tyči č. 4, která byla cyklicky zatěžována na napětí 60 MPa. Na obrázku 40 je naznačeno místo iniciace, oblast šíření únavové trhliny a oblast statického dolomení zkušební tyče. Na obrázku 41 je celkový pohled na lomovou plochu získaný pomocí REM, také je zde naznačeno místo iniciace trhliny a jsou dobře vidět oblasti šíření a dolomení. Oblast dolomení se vyznačuje lomem transkrystalickým tvárným. Obrázek 42 ukazuje detailněji místo iniciace a oblast šíření únavové trhliny, které je transkrystalické štěpné. Detailní pohled na obrázku 43 ukazuje striace v oblasti šíření únavové trhliny.



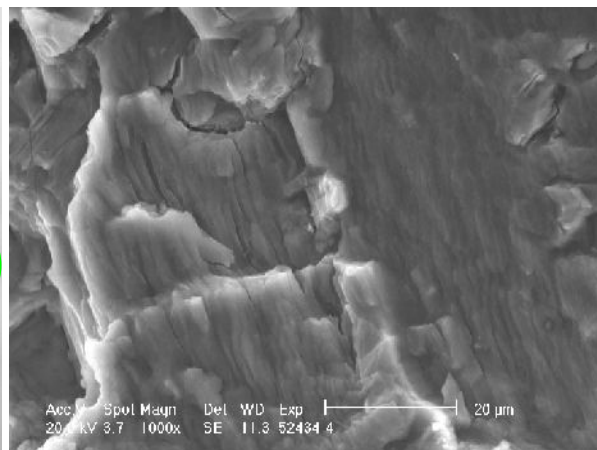
**Obr. 40 – Celkový pohled na lomovou plochu, únava 60 MPa, vz. 4, stereomikroskop**



**Obr. 41 – Celkový pohled na lomovou plochu, únava 60 MPa, vz. 4, REM**

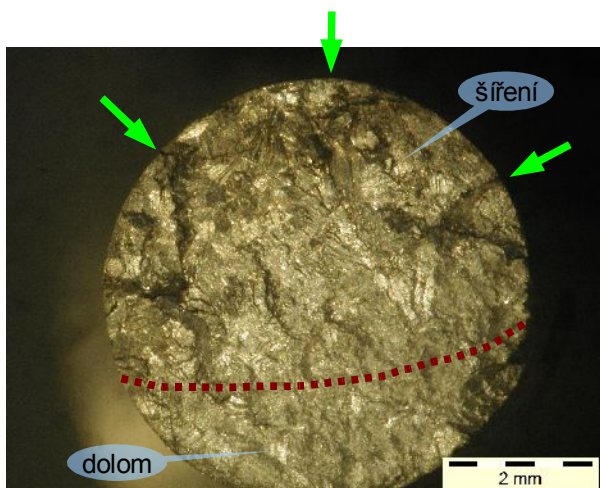


**Obr. 42 – Místo iniciace, únava 60 MPa, vz. 4, REM, transkrystalický štěpný**

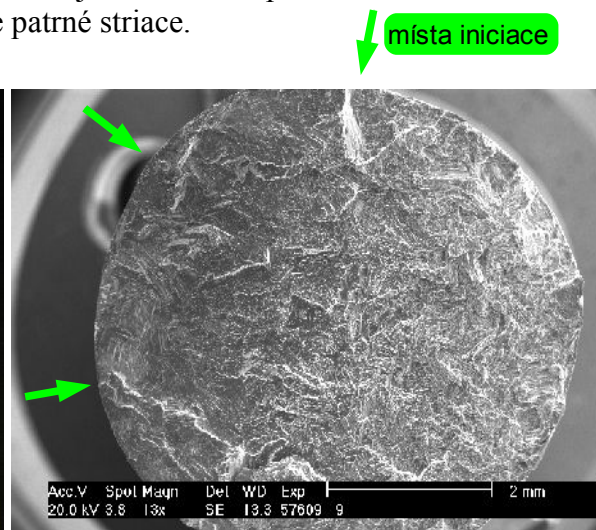


**Obr. 43 – Striace, únava 60 MPa, vz. 4, REM**

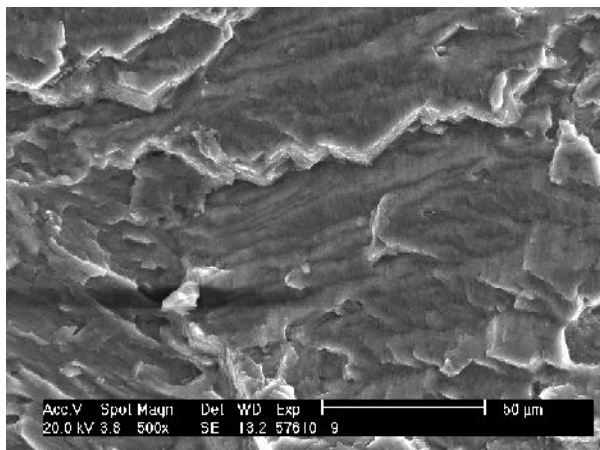
Snímky 44–47 byly získány na zkušební tyči č. 9, která byla cyklicky zatěžována na napětíové hladině  $\sigma_a = 55$  MPa. Na obrázku 44 je celkový pohled na lomovou plochu získaný pomocí stereomikroskopu. Jsou zde naznačena místa iniciace a oblast šíření a statického dolomení. Obrázek 45 ukazuje lomovou plochu zobrazenou pomocí REM, zde jsou také naznačena místa iniciace únavových trhlin. Oblasti dolomení zkušební tyče se vyznačuje lomem transkrystalickým tvárným. Na obrázku 46 je zobrazeno šíření únavové trhliny, jedná se o transkrystalický štěpný lom. Na snímku 47 je zobrazeno při větším zvětšení místo v oblasti šíření únavové trhliny, kde jsou dobře patrné striace.



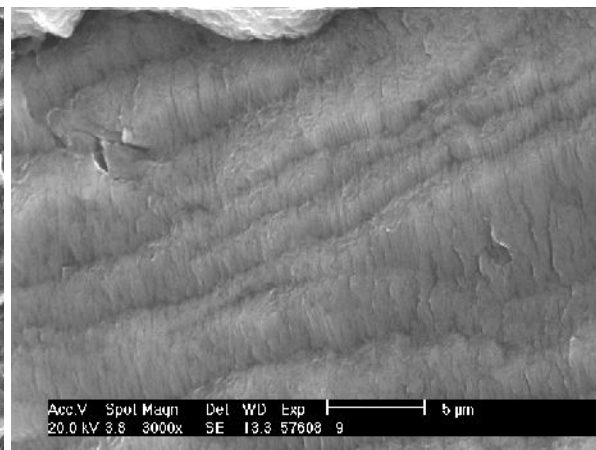
Obr. 44 – Celkový pohled na lomovou plochu, únava 55 MPa, vz. 9, stereomikroskop



Obr. 45 – Celkový pohled na lomovou plochu, únava 55 MPa, vz. 9, REM



Obr. 46 – Oblast šíření únavové trhliny, únava 55 MPa, vz. 9, REM, transkrystalický štěpný

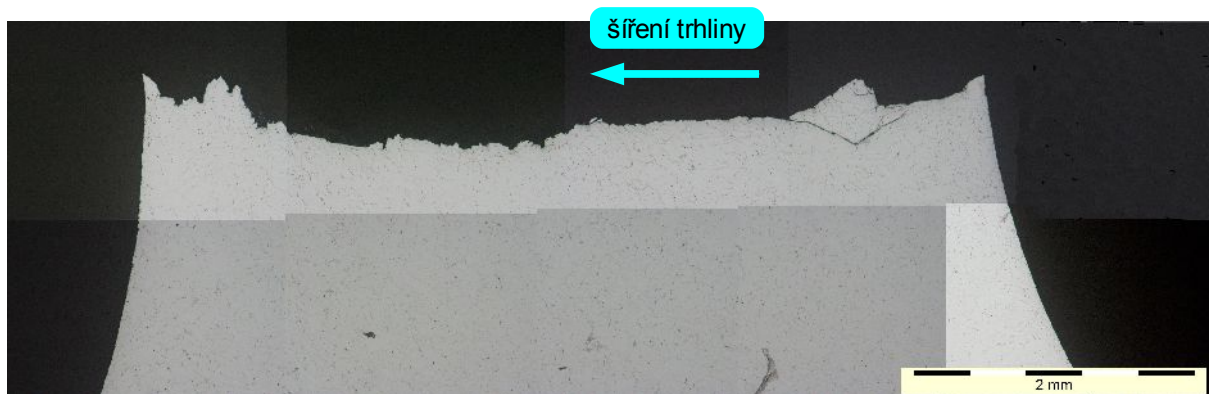


Obr. 47 – Striace, únava 55 MPa, vz. 9, REM



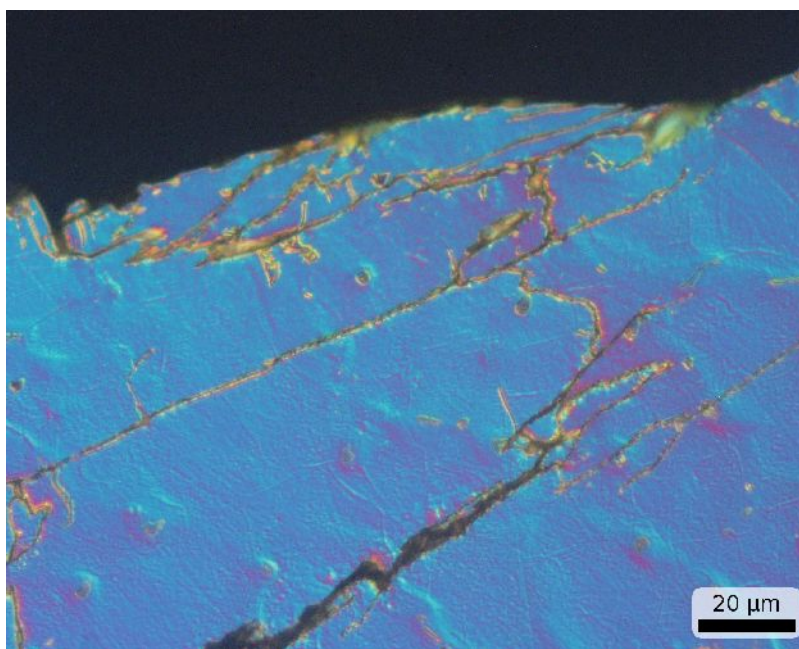
## 7.6. Lomový profil

Na vybrané zkušební tyči po únavovém zatěžování byl proveden podélný výbrus přes lomovou plochu. Jedná se o zkušební tyč č. 9, která byla zatěžována na hladině 55 MPa. Na obrázku 48 je celkový pohled na lom. Snímek byl vytvořen spojením několika fotografií pomocí software Analysis5. Na pravé straně snímku je oblast šíření únavové trhliny a na levé straně je statický dolom.



Obr. 48– Reliéf lomové plochy po únavovém zatěžování, vz. 9

Oblast šíření únavové trhliny je poměrně hladká, kromě místa, kde se vyskytuje výrazná sekundární trhlina. Poté únavové šíření trhliny celkem jasně přechází do statického dolomu, který již není tak hladký. Na obrázku 49 je zachycen detail na oblast několika sekundárních trhlín.



Obr. 49 – Sekundární trhliny v oblasti šíření únavové trhliny, Nomarski

## 8. Diskuse výsledků

Výsledky měření obsahu prvků uvedené v tabulce 6 na straně 20 odpovídají obvyklému chemickému složení hořčíkových slitin AZ31. Jediný významný rozdíl oproti požadovanému chemickému složení je v obsahu vápníku, který je nižší.

Z metalografického rozboru a lokální analýzy chemického složení plyne, že vápník se ve struktuře hořčíkové slitiny AZ31 S. C. vyskytuje pouze po hranicích zrn ve formě fáze  $(\text{Mg, Al})_2\text{Ca}$ .

Pro určení mechanických vlastností byla provedena zkouška tahem. Hodnoty jsou stanoveny jako průměr ze všech provedených měření s výjimkou dvou zkušebních tyčí, které byly z důvodu předčasného lomu vynechány. Smluvní mez kluzu byla  $R_{p0,2} = 76 \text{ MPa}$ . Mez pevnosti tohoto materiálu byla  $R_m = 193 \text{ MPa}$ . Tažnost a kontrakce byly určeny takto  $A = 10,6 \%$  a  $Z = 9,69 \%$ . Z porovnání hodnot získaných zkouškou v tahu a hodnotami uvedenými v tabulce 5 na straně 11 (mechanické vlastnosti tvářených polotovarů), plyne, že mechanické vlastnosti slitiny AZ31 S. C. s  $0,5 \%$  vápníku jsou poměrně dobré, vzhledem k tomu že se jedná o materiál odlévaný.

Na zkoumaném materiálu bylo také provedeno měření tvrdosti (tab. 8, str. 27). Měření tvrdosti metodou Vickers bylo provedeno pouze v oblasti základní matrice (hořčík, hliník), měření jiných fází se z důvodu jejich velikosti nezdařilo. Také bylo provedeno měření tvrdosti podle Brinella, což je metoda vhodnější k měření odlévaných materiálů. Porovnáním získané průměrné tvrdosti  $54,7 \text{ HBW } 2,5/62,5$  s hodnotami uvedenými v tabulce 5, je vidět, že materiál má opět poměrně dobré vlastnosti.

Únavovými zkouškami byla určena mez únavy zkoumané hořčíkové slitiny AZ31 S. C. s  $0,5 \%$  Ca, hodnota  $\sigma_c = 50 \text{ MPa}$ . Pro porovnání únavového chování slitiny zkoumané lze použít například práci [17]. Zde byla ale použita protlačovaná (extrudovaná) slitina AZ31. Na hladině  $120 \text{ MPa}$  zde bylo dosaženo 2000 cyklů, zatímco u slitiny AZ31 S. C. s  $0,5 \%$  Ca bylo pro stejnou hladinu dosaženo 871 cyklů.

Z grafu křivek cyklického změkčení-zpevnění a také z porovnání cyklické deformační křivky s tahovou křivkou naprosto jasně plyne, že materiál cyklicky zpevňuje. Tento výsledek také odpovídá měřením provedeným v práci [17].

Na lomových plochách v oblasti šíření únavové trhliny lze pozorovat transkrystalické štěpné porušování a v oblasti dolomení se nachází transkrystalický tvárný lom. Při velkém zvětšení lze v oblasti šíření únavové trhliny pozorovat striace. Získané snímky lomových ploch poměrně dobře souhlasí se snímky, které jsou prezentovány například v práci [18].

## 9. Závěr

Tato práce se zabývala mikrostrukturou a mechanickými vlastnostmi hořčíkové slitiny AZ31 s přídavkem 0,5 % vápníku, která byla odlita metodou squeeze casting. Získané poznatky lze shrnout následovně:

- ❖ Chemické složení experimentálního materiálu odpovídá požadovanému složení, až na obsah vápníku, který je menší než je deklarováno.
- ❖ Legující prvky včetně vápníku ve většině případů segregují na hranice zrn. Výjimkou je mangan, který tvoří různě rozložené částice.
- ❖ Průměrná hodnota meze pevnosti je  $R_m = 193$  MPa, meze kluzu  $R_{p0,2} = 76$  MPa, tažnosti  $A = 10,6$  % a kontrakce  $Z = 9,7$  %. Modul pružnosti slitiny je  $E = 36$  GPa.
- ❖ Byla naměřena tvrdost podle Brinella 54,7 HBW 2,5/62,5.
- ❖ Mez únavy hořčíkové slitiny AZ31 s 0,5 % Ca byla stanovena na  $\sigma_c = 50$  MPa.
- ❖ Podle získaných dat materiál cyklicky zpevňuje.
- ❖ Únavové lomy iniciují na povrchu nebo podpovrchových vadách.
- ❖ Na lomových plochách se vyskytuje transkrystalický štěpný a transkrystalický tvárný lom. Na některých místech je možné při velkém zvětšení najít striace.

## 10. Seznam použitých zdrojů

- [1] AVEDESIAN, M. M.; BAKER, H. *Magnesium and Magnesium Alloys*. ASM International. Materials Park OH 1999. ISBN 0-87170-657-1.
- [2] PARK, J. P.; KIM, M. G.; YOON, U. S.; KIM, W. J. Microstructures and mechanical properties of Mg-Al-Zn-Ca alloys fabricated by high frequency electromagnetic casting method. In *Journal of Materials Science*, Volume 44, p. 47–54, ISSN 1573-4803.
- [3] PTÁČEK, L. a kolektiv. *Nauka o materiálu II*. Nakladatelství CERM. Brno 2002. ISBN 80-7204-248-3.
- [4] DRÁPALA, J.; KUCHAR, L.; TOMÁŠEK, K.; TROJANOVÁ, Z. *Hořčík, jeho slitiny a binární systémy hořčík - příměs*. Vysoká škola báňská - TU Ostrava. Ostrava 2004. ISBN 80-248-0579-0.
- [5] [http://www.fotografvani.cz/art/fotech\\_df/rom\\_dslr3.html](http://www.fotografvani.cz/art/fotech_df/rom_dslr3.html).
- [6] PRŠKOVÁ, V. *Ultravysokocyklová únava hořčíkových zliatin*. Žilinská univerzita, Žilina 2008. Vedoucí dizertační práce prof. Ing. Otakar Bokůvka, PhD.
- [7] PTÁČEK, L. Slévárenské slitiny hořčíku.
- [8] RAGHAVAN, V. Al-Mg-Zn (Aluminum-Magnesium-Zinc). In *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, Volume 28, Number 2 / April, 2007, p. 203-208, ISSN 1863-7345.
- [9] ROUČKA, J. *Metalurgie neželezných slitin*. Nakladatelství CERM. Brno 2004.
- [10] PANTĚLEJEV, L. *Únava kovových materiálů*.
- [11] VĚCHET, S.; KOHOUT, J.; BOKŮVKA, O. *Únavové vlastnosti tvárné litiny*. Žilinská univerzita. Žilina 2002. ISBN 80-7100-973-3.
- [12] ŠTĚRBÁČEK, J. *Tahové a únavové zkoušky tenkých vláken a fólií*. Vysoké učení technické, Brno 2008. Vedoucí diplomové práce Mgr. Tomáš Kruml, CSc.
- [13] POLÁK, J. Cyclic deformation, crack initiation, and low-cycle fatigue. In *Milne, I., Ritchie, R.O., Karimhaloo, B., Eds. Comprehensive structural integrity*. Volume 4, p. 1–39, Elsevier Amsterdam 2003.
- [14] LAUSCHMANN, H. *Mezní stavy I*. Nakladatelství ČVUT. Praha 2007. ISBN 978-80-01-03671-6.
- [15] PTÁČEK, L. a kolektiv. *Nauka o materiálu I*. CERM. Brno 2003. ISBN 80-7204-283-1.
- [16] ALJARRAH, M.; MEDRAJ, M.; WANG, X.; ESSADIQI, E.; MUNTASAR, A.; DÉNÈS, G. Experimental investigation of the Mg–Al–Ca system. In *Journal of Alloys and Compounds*, Volume 436, Pages 131–141, doi:10.1016/j.jallcom.2006.07.034.
- [17] HASEGAWA, S.; TSUCHIDA, Y.; YANO, H.; MATSUI, M. Evaluation of low cycle fatigue life in AZ31 magnesium alloy. In *International Journal of Fatigue* 29. 2007.
- [18] YIN, S. M.; YANG, F.; YANG, X. M.; WU, S. D.; LI, S. X.; LI, G. Y. The role of twinning–detwinning on fatigue fracture morphology of Mg–3%Al–1%Zn alloy. In *Materials Science and Engineering A*. 2008.

## 11. Seznam použitých zkratk a symbolů

### Zkratky

SC, S. C.	squeeze casting
SM	světelná mikroskopie
REM	rastrovací elektronová mikroskopie
SE	sekundární elektrony
BSE	zpětně odražené elektrony
EDS	energieově dispersní spektrometrie
GDOES	optická emisní spektrometrie s doutnavým výbojem
AAS	atomová absorpční spektrometrie
KVZ	kovy vzácných zemin
HCP	Hexagonal Close Packet
hm. %	hmotnostní procenta
at. %	atomová procenta
PSP, PSB	perzistentní skluzový pás (Persistent Slip Bond)

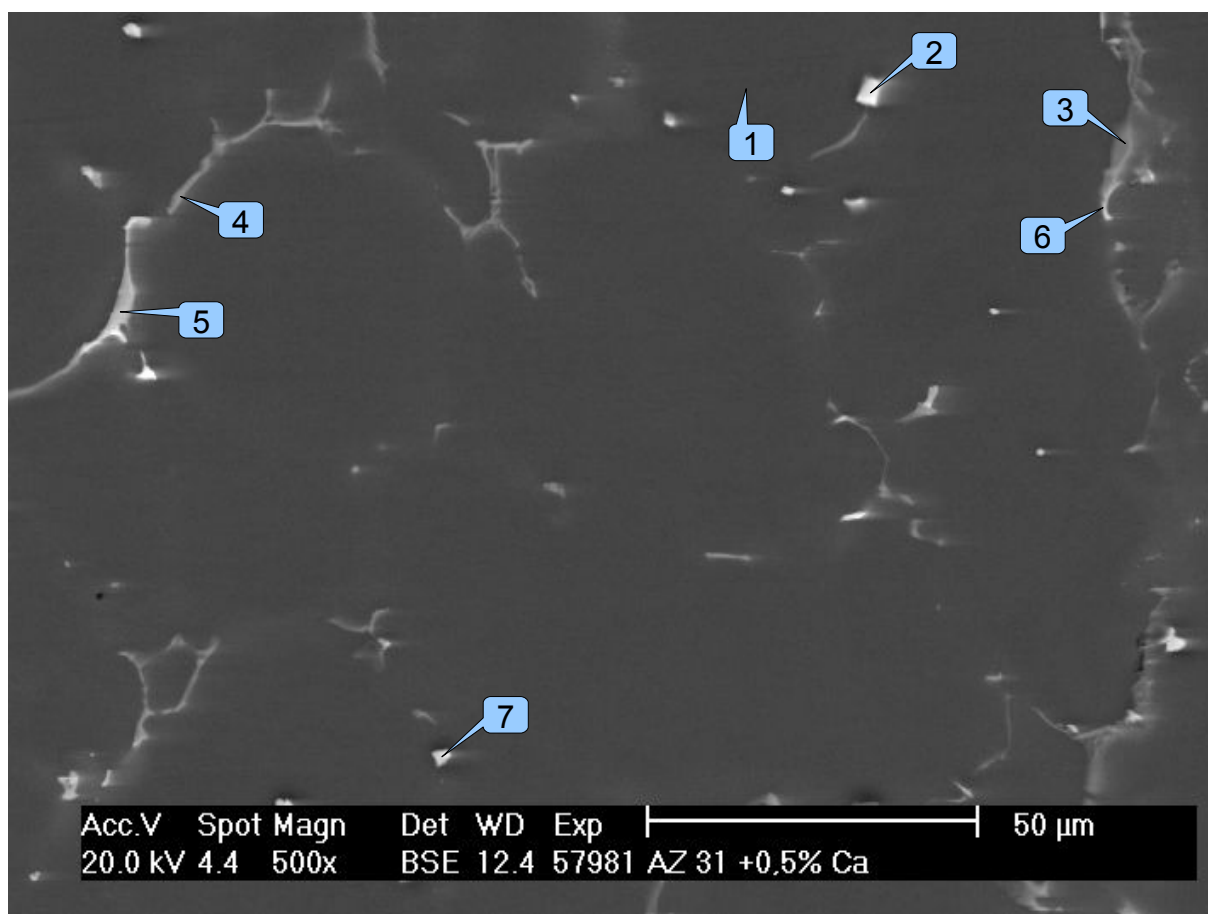
### Symboly

$F$	síla [N]
$\sigma$	smluvní napětí [MPa]
$R_e$	mez pevnosti [MPa]
$R_m$	mez kluzu [MPa]
$R_{p0,2}$	smluvní mez kluzu [MPa]
$E$	modul pružnosti v tahu [GPa]
$N_f$	počet cyklů do lomu
$N_f/2$	poloviční počet cyklů do lomu
$\sigma_a$	amplituda napětí [MPa]
$\sigma_m$	střední napětí [MPa]
$\sigma_{\max}$	horní napětí [MPa]
$\sigma_{\min}$	dolní napětí [MPa]
$\sigma_c$	mez únavy [MPa]
$\sigma_{Nc}$	časovaná mez únavy [MPa]
$\varepsilon_a$	amplituda celkové deformace
$\varepsilon_{ap}$	amplituda plastické deformace
$\varepsilon_{ae}$	amplituda elastické deformace
$\varepsilon'_f$	součinitel únavové tažnosti
$c$	plastický exponent křivky tažnosti
$\sigma'_f$	součinitel únavové pevnosti
$b$	elastický exponent křivky životnosti

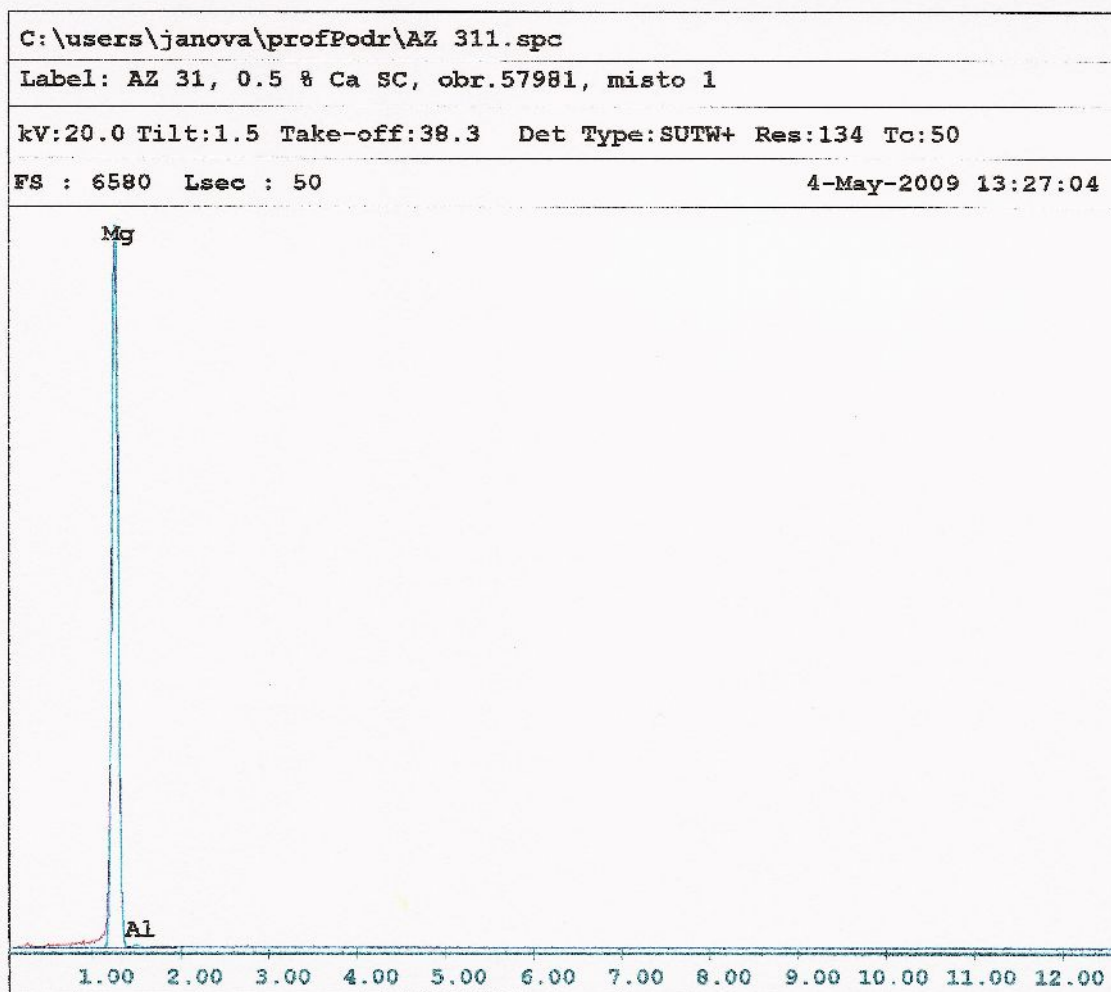
## 12. Seznam příloh

Příloha 1 – Vyznačení míst jednotlivých EDS analýz.....	43
Příloha 2 – EDS analýza místa 1.....	44
Příloha 3 – EDS analýza místa 2.....	45
Příloha 4 – EDS analýza místa 3.....	46
Příloha 5 – EDS analýza místa 4.....	47
Příloha 6 – EDS analýza místa 5.....	48
Příloha 7 – EDS analýza místa 6.....	49
Příloha 8 – EDS analýza místa 7.....	50



**Příloha 1 – Vyznačení míst jednotlivých EDS analýz**

## Příloha 2 – EDS analýza místa 1



## EDAX ZAF Quantification (Standardless)

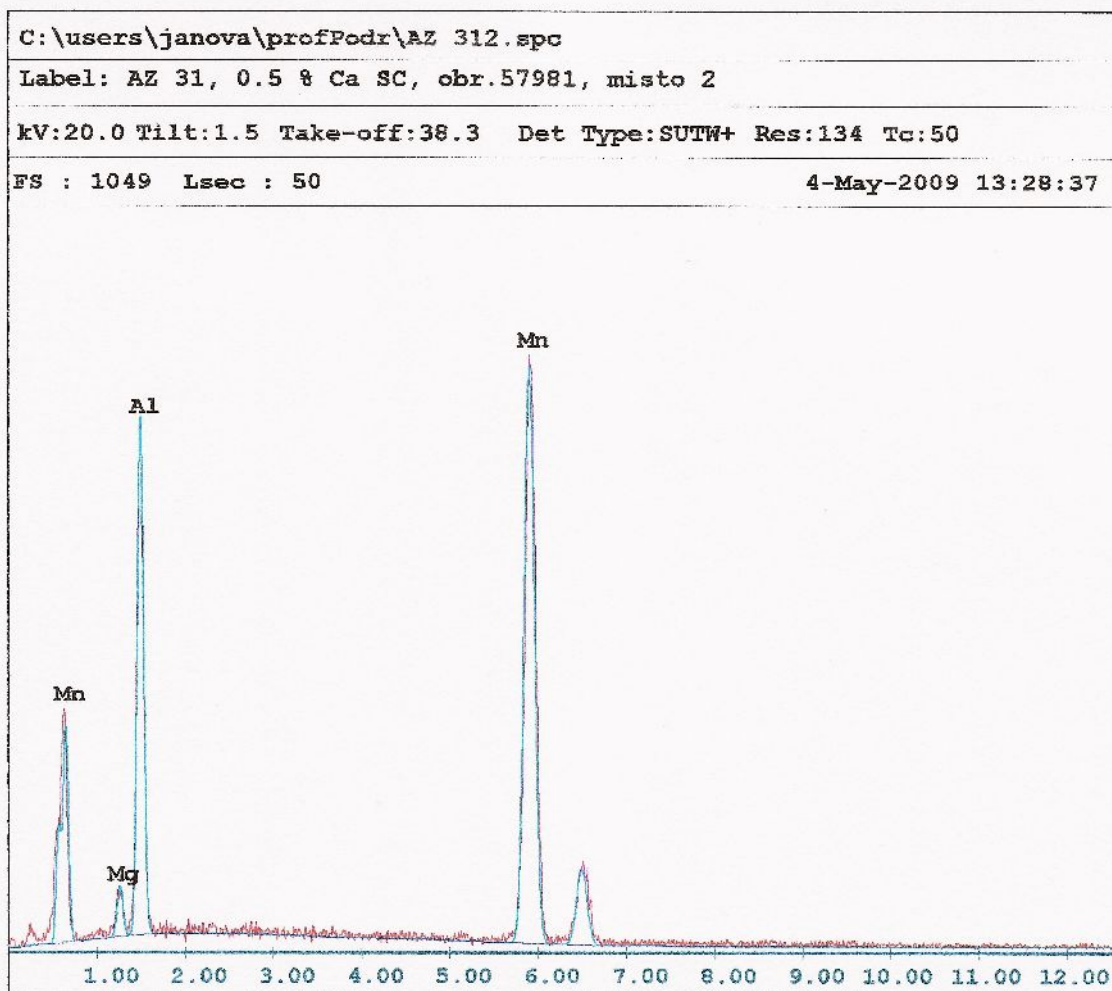
Element Normalized

SEC Table : Default

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
MgK	98.55	98.69	0.9850	1.0004	0.9989	1.0002
AlK	1.45	1.31	0.0039	0.9710	0.2772	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/R
MgK	895.86	0.50	0.47	1791.72
AlK	3.50	0.60	8.76	5.83

## Příloha 3 – EDS analýza místa 2



## EDAX ZAF Quantification (Standardless)

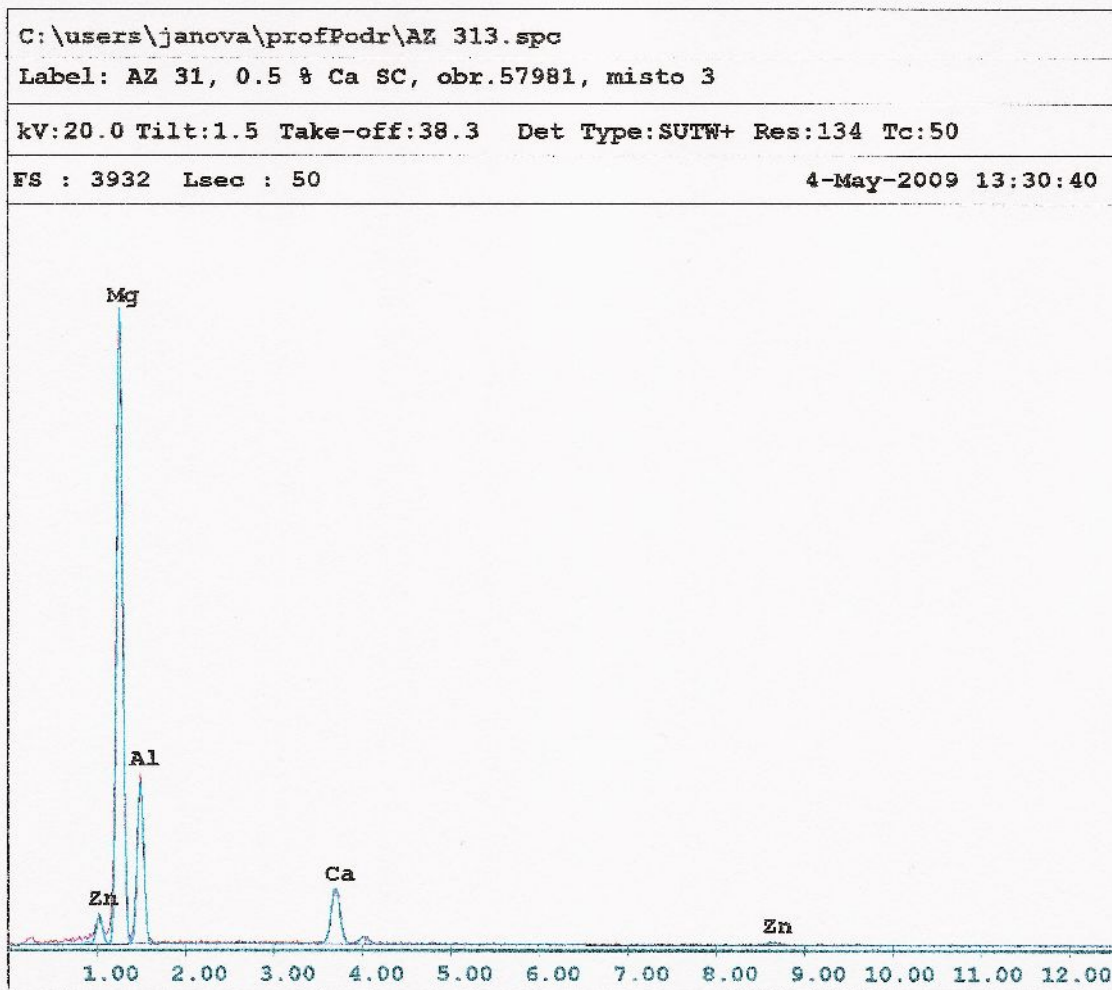
Element Normalized

SEC Table : Default

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
MgK	3.08	5.30	0.0112	1.1026	0.3281	1.0045
AlK	26.55	41.14	0.1245	1.0698	0.4381	1.0008
MnK	70.37	53.56	0.6739	0.9630	0.9945	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
MgK	10.18	2.76	5.50	3.69
AlK	111.80	3.62	1.38	30.88
MnK	186.04	1.68	1.05	110.74

## Příloha 4 – EDS analýza místa 3



## EDAX ZAF Quantification (Standardless)

Element Normalized

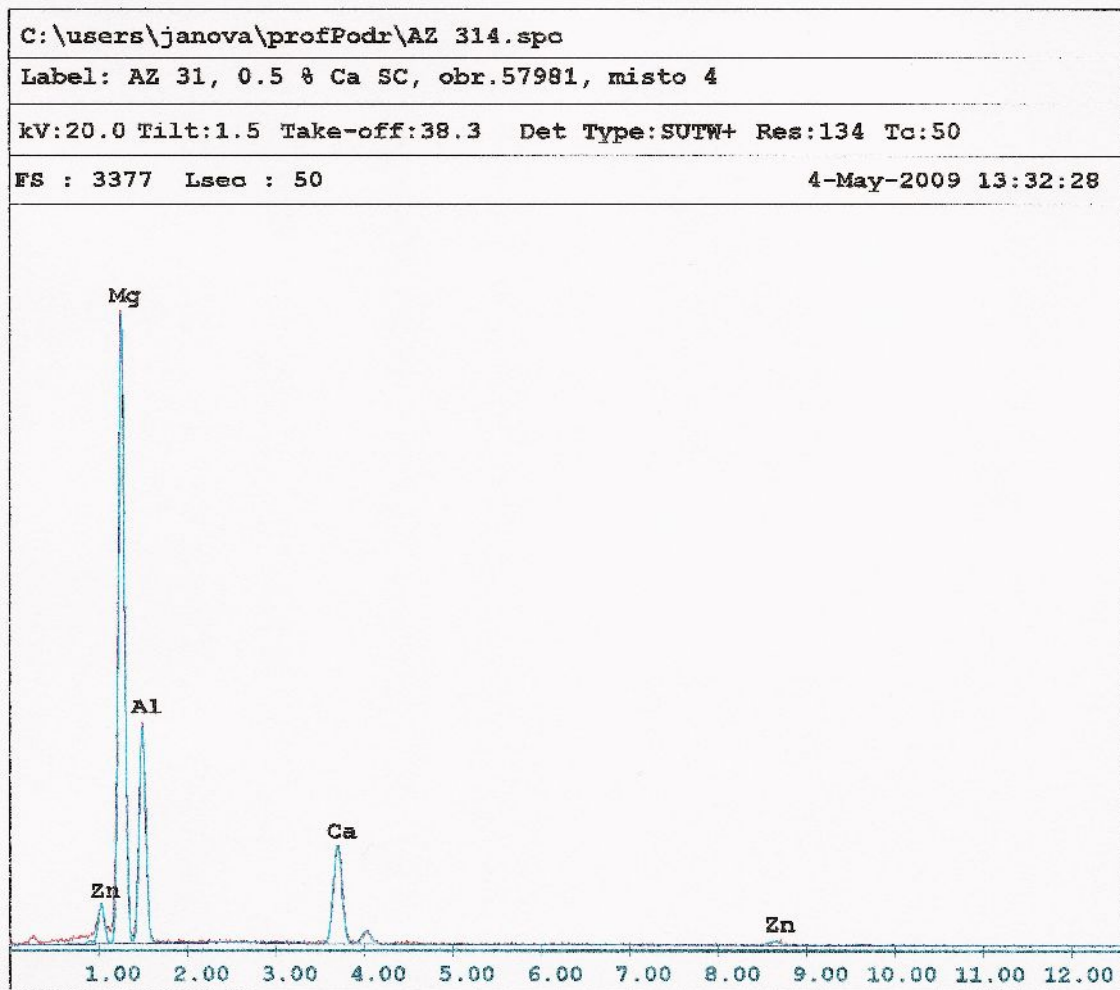
SEC Table : Default

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
MgK	54.90	60.55	0.4376	1.0158	0.7803	1.0057
AlK	31.25	31.06	0.1220	0.9859	0.3958	1.0005
CaK	10.44	6.99	0.0920	0.9866	0.8932	1.0004
ZnK	3.41	1.40	0.0296	0.8664	1.0002	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
MgK	471.80	0.90	0.65	524.22
AlK	129.82	1.24	1.25	104.69
CaK	56.44	1.92	1.95	29.40
ZnK	3.98	0.32	7.64	12.44



## Příloha 5 – EDS analýza místa 4



## EDAX ZAF Quantification (Standardless)

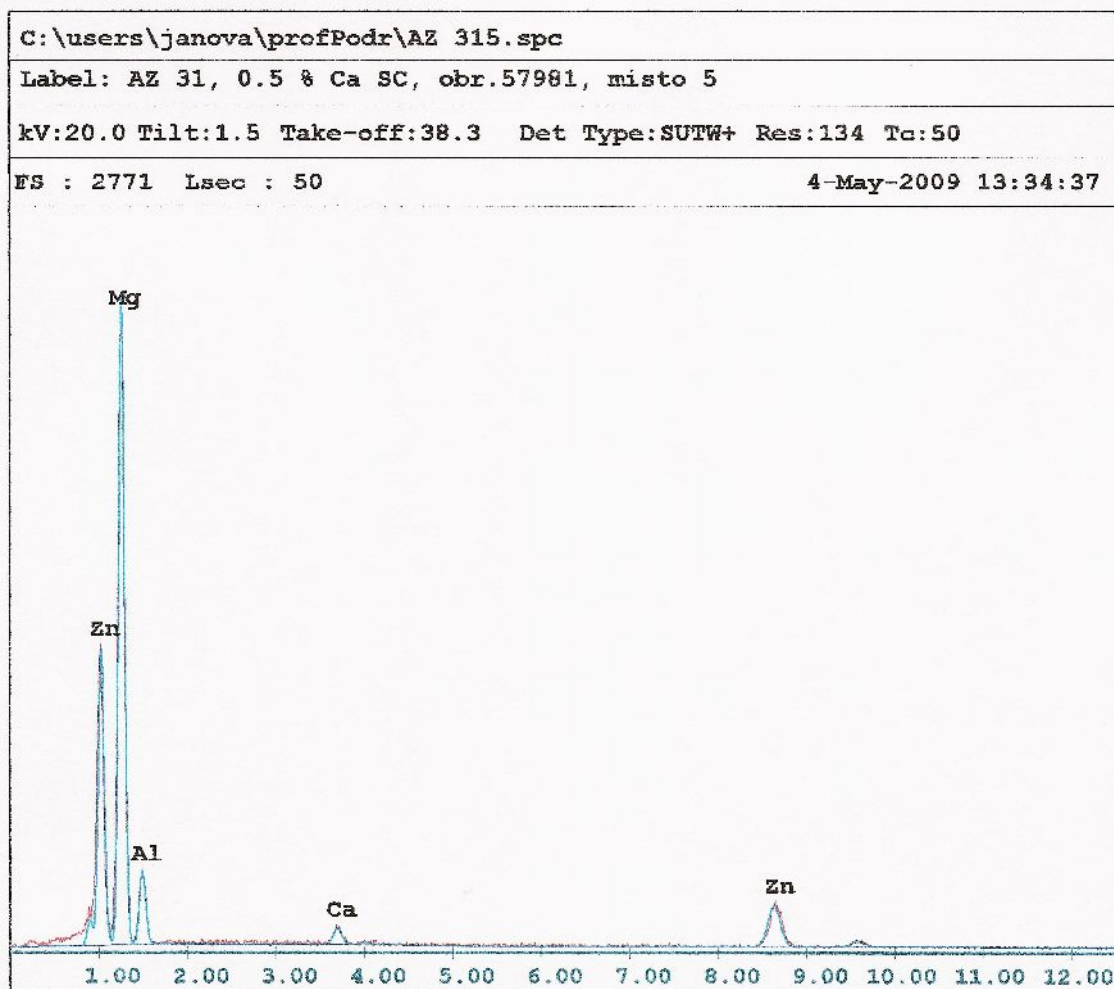
Element Normalized

SEC Table : Default

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
MgK	47.94	54.25	0.3613	1.0181	0.7355	1.0064
AlK	33.07	33.72	0.1370	0.9880	0.4191	1.0007
CaK	15.20	10.44	0.1350	0.9890	0.8973	1.0005
ZnK	3.80	1.60	0.0329	0.8689	0.9983	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
MgK	400.70	1.20	0.71	333.92
AlK	150.02	1.60	1.17	93.76
CaK	85.16	1.68	1.56	50.69
ZnK	4.56	0.46	7.26	9.91

## Příloha 6 – EDS analýza místa 5



## EDAX ZAF Quantification (Standardless)

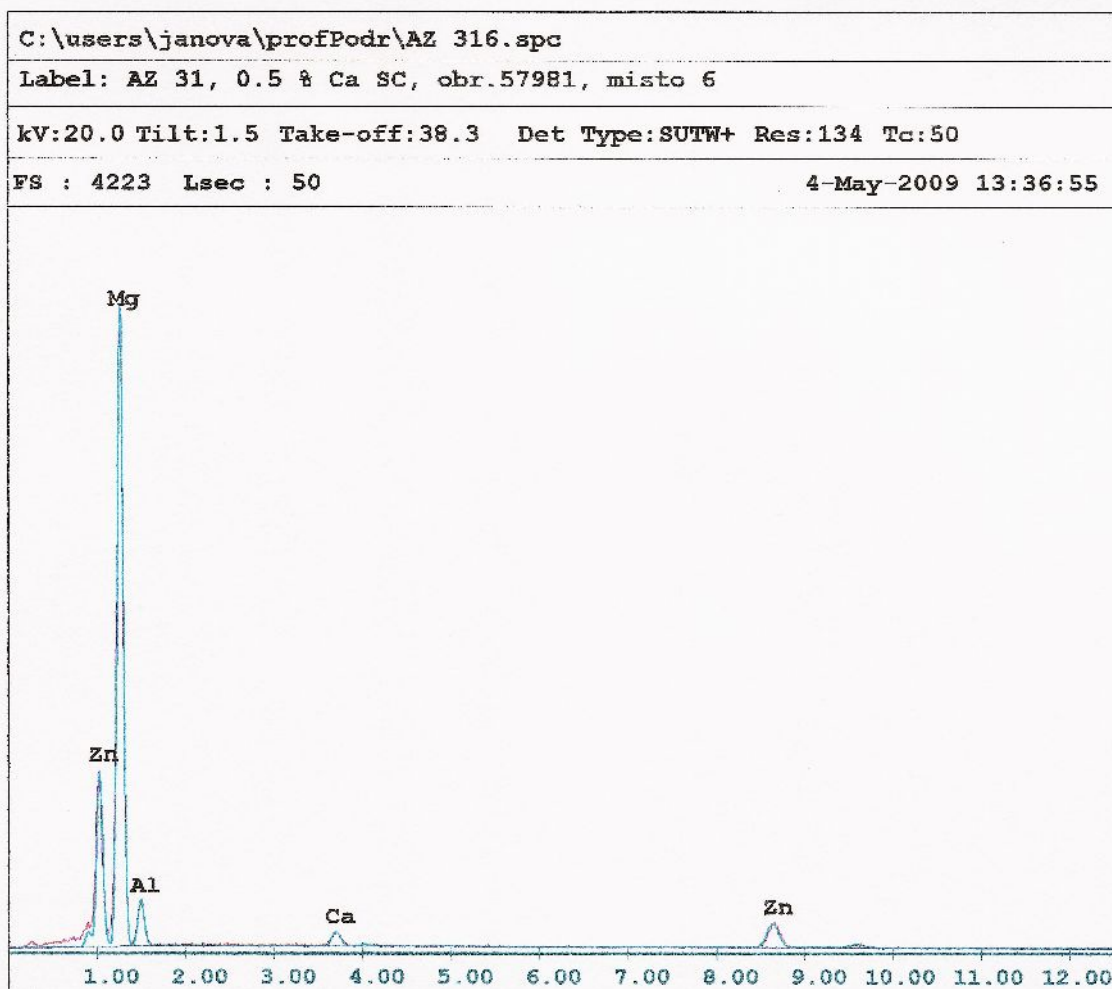
Element Normalized

SEC Table : Default

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
MgK	58.67	72.97	0.2655	1.0376	0.4356	1.0014
AlK	11.21	12.57	0.0328	1.0069	0.2906	1.0001
CaK	1.82	1.38	0.0163	1.0096	0.8822	1.0036
ZnK	28.29	13.09	0.2525	0.8898	1.0029	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
MgK	337.82	1.76	0.77	191.94
AlK	41.20	2.50	2.33	16.48
CaK	11.80	2.64	4.95	4.47
ZnK	40.12	1.28	2.30	31.34

## Příloha 7 – EDS analýza místa 6



## EDAX ZAF Quantification (Standardless)

Element Normalized

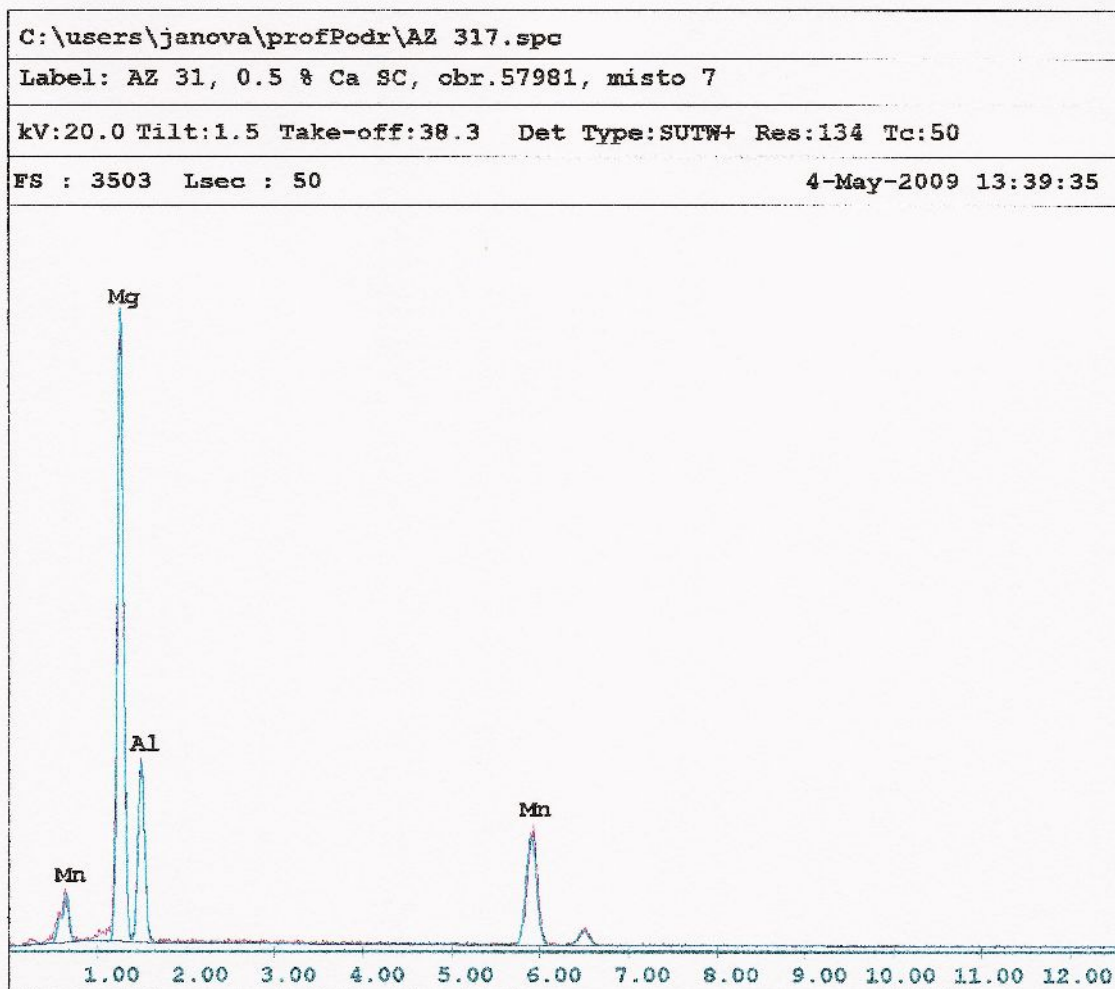
SEC Table : Default

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
MgK	66.73	78.88	0.3489	1.0288	0.5077	1.0012
AlK	9.45	10.07	0.0274	0.9984	0.2900	1.0001
CaK	2.11	1.51	0.0188	1.0004	0.8855	1.0028
ZnK	21.71	9.54	0.1918	0.8807	1.0032	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
MgK	511.34	1.90	0.63	269.13
AlK	39.58	2.70	2.40	14.66
CaK	15.64	2.88	4.18	5.43
ZnK	35.10	1.60	2.49	21.94



## Příloha 8 – EDS analýza místa 7



## EDAX ZAF Quantification (Standardless)

Element Normalized

SEC Table : Default

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
MgK	47.46	58.22	0.2839	1.0424	0.5718	1.0038
AlK	23.56	26.04	0.0886	1.0116	0.3716	1.0003
MnK	28.98	15.73	0.2601	0.9058	0.9910	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
MgK	418.20	4.08	0.70	102.50
AlK	128.78	3.80	1.28	33.89
MnK	116.28	1.96	1.33	59.33